

ISSN 2077-1177

Стандартные образцы

Том Vol. **14**

№ **3–4**
2018



Reference
Materials

Том 14 № 3–4, 2018

«СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ»

Ежеквартальный научно-технический журнал

Свидетельство о регистрации СМИ – ПИ
№ ФС77-2103 от 31 мая 2005 г.
ISSN 2077-1177

УЧРЕДИТЕЛЬ И ИЗДАТЕЛЬ:
ФГУП «Уральский научно-исследователь-
ский институт метрологии»
620075, г. Екатеринбург,
ул. Красноармейская, 4

ТИПОГРАФИЯ:
ООО «Копирайт»
620028, г. Екатеринбург, ул. Татищева, 60
Тел.: 8 (343) 287-28-45

РЕДАКЦИЯ:
620075, г. Екатеринбург,
ул. Красноармейская, 4
Телефон, факс: + 7 (343) 350-72-42,
350-60-68
e-mail: taraeva@uniim.ru, uniim@uniim.ru
www.rmjournal.ru

Издается с 2005 года.
Периодичность издания – 4 раза в год.
Подписной индекс в каталоге агентств
«Пресса России» – 10263.

Журнал входит в Перечень российских
рецензируемых научных журналов ВАК.

Подписано в печать 30.09.2018.
Дата выхода в свет 15.12.2018.
Формат 80×108 1/16. Печать офсетная.
Бумага ВХИ. Усл. печ. л. 5,7.
Тираж 200 экз. Заказ № 12612.

ОРИГИНАЛЬНЫЕ СТАТЬИ

■ ЭТАЛОНЫ

- О многопараметрических стандартных образцах
для метрологического обеспечения в области контроля
параметров покрытий** 9
Казанцев В. В., Васильев А. С.

■ РАЗРАБОТКА, ПРОИЗВОДСТВО СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ

- Метрологическое обеспечение измерений
содержания диоксинов. Стандартный образец массовой доли диоксинов
в животном жире** 17
Будко А. Г., Михеева А. Ю., Крылов А. И.

- Стандартные образцы в оценке специфической безопасности
препаратов иммуноглобулинов и альбумина человека:
особенности разработки, аттестации и применения** 33
Корнилова О. Г., Кривых М. А., Волкова Р. А., Борисевич И. В.

■ СЛИЧЕНИЕ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ

- Разработка образцов для МСИ и стандартных образцов
для обеспечения качества результатов измерений
показателей состава воздушных сред** 43
Богачева А. М., Пономарева О. Б., Канаева Ю. В.

ИНФОРМАЦИЯ. НОВОСТИ. СОБЫТИЯ.

- Деятельность ФГУП ВНИИФТРИ
в сфере физико-химических измерений** 51
Добровольский В. И., Оганян Н. Г., Прокунин С. В.

■ ВОПРОСЫ ВЕДЕНИЯ ГОСУДАРСТВЕННОГО РЕЕСТРА УТВЕРЖДЕННЫХ ТИПОВ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ

- Сведения о новых типах стандартных образцов** 57
Агишева С. Т.

- Сведения о стандартных образцах утвержденных типов,
срок действия свидетельств которых продлен** 65
Агишева С. Т.

При цитировании ссылка на журнал «Стандартные образцы» обязательна.

Перепечатка материалов полностью или частично, предпринимаемая в образовательных или исследовательских целях, возможна только со ссылкой на выходные данные журнала с обязательным указанием правообладателя и имен авторов статей.

Vol. 14 № 3–4, 2018

«REFERENCE MATERIALS»

Quarterly scientific and technical journal

Mass media registration certificate – PI
No FSS 77–2103 of 31 May 2005
ISSN 2077–1177

FOUNDER & PUBLISHER:

Ural Research Institute for Metrology
(UNIIM)
4 Krasnoarmeyskaya St., Ekaterinburg,
620075,
Russian Federation

PRINTING HOUSE:

ООО «Copyright»
60 Tatishcheva St., Ekaterinburg,
620028,
Russian Federation
Telephone: +7 (343) 287-28-45

EDITORIAL OFFICE:

4 Krasnoarmeyskaya St., Ekaterinburg,
620075,
Russian Federation
Telephone, fax: +7 (343) 350-72-42,
350-60-68
e-mail: taraeva@uniim.ru, uniim@uniim.ru
www.rmjournal.ru

Published since 2005.

Publication frequency: quarterly.

Subscription index in catalogue of agencies
«Pressa Rossii» – 10263.

Signed for printing: 30.09.2018.

Date of publication: 15.12.2018.

Sheet size 80×108 1/16. Offset printing.

Royal paper. Conventional printed sheets 5,7.

Number of copies 200. Order No 12612.

ORIGINAL PAPERS

■ MEASUREMENT STANDARDS

- Multiparametric reference materials for metrological support
in the area of coating parameter control** 9
Kazantsev V. V., Vasilyev A. S.

■ DEVELOPMENT AND PRODUCTION OF REFERENCE MATERIALS

- Metrological assurance of dioxin measurements.
A certified reference material for measuring the dioxin mass
fraction in animal fat** 17
Budko A. G., Mikheeva A. Y., Krylov A. I.

- Reference materials used for specific safety evaluation
of human immunoglobulin and human albumin products:
features of development, certification and application** 33
Kornilova O. G., Krivykh M. A., Volkova R. A., Borisevich I. V.

■ REFERENCE MATERIAL COMPARISONS

- Development of interlaboratory comparison test samples
and reference materials for the quality assurance
of air composition measurements** 43
Bogacheva A. M., Ponomareva O. B., Kanaeva Y. V.

INFO. NEWS. EVENTS

- Activity of All-Russian Research Institute of Physical-Technical
and Radio-Technical Measurements (VNIIFTRI)
in the sphere of physicochemical measurements** 51
Dobrovolskiy V. I., Oganyan N. G., Prokunin S. V.

■ ASPECTS OF MAINTAINING THE STATE REGISTER OF TYPE APPROVED REFERENCE MATERIALS

- Data on new Reference Materials Approved in 2018** 57
Agisheva S. T.

- Data on Type Approved Reference Materials the Validity Period
of which has been Extended** 65
Agisheva S. T.

When citing, a reference to the journal «Reference Materials» is required.

Reprinting of the whole text or part of the text for educational or research purposes is possible only if a reference to the imprint (AmE masthead) of the journal is given. The copyright holder and authors must also be listed.

© «Reference Materials», 2018

ГЛАВНЫЙ РЕДАКТОР

Медведевских Сергей Викторович

канд. техн. наук, директор ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ») г. Екатеринбург, Российская Федерация

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

Окрепилов Михаил Владимирович

д. техн. наук, доцент, заместитель директора по качеству и образовательной деятельности, заведующий кафедрой «Теоретическая и прикладная метрология» ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» г. Санкт-Петербург, Российская Федерация

Собина Егор Павлович

канд. хим. наук, заместитель директора по инновациям ФГУП «УНИИМ», член-корреспондент Метрологической академии г. Екатеринбург, Российская Федерация

Кремлева Ольга Николаевна

и. о. заведующего отделом Государственной службы стандартных образцов ФГУП «УНИИМ» г. Екатеринбург, Российская Федерация

РЕДАКТОР

Сергеева Анна Сергеевна

канд. хим. наук, научный сотрудник ФГУП «УНИИМ» г. Екатеринбург, Российская Федерация

ОТВЕТСТВЕННЫЙ СЕКРЕТАРЬ

Тараева Наталия Сергеевна

ФГУП «УНИИМ» г. Екатеринбург, Российская Федерация

КОРРЕКТОР

Бортникова А. В.

ПЕРЕВОДЧИК

Квеглис Анна Викторовна

ФГУП «УНИИМ» г. Екатеринбург, Российская Федерация

ВЕРСТКА, ЦВЕТКОРРЕКЦИЯ

Таскаев В. В.

РЕДАКЦИОННЫЙ СОВЕТ:

Атанов А. Н.

канд. хим. наук, ООО «Центра стандартных образцов и высокочистых веществ», г. Санкт-Петербург, РФ

Барановская В. Б.

д. хим. наук, ФГБУН «Института общей и неорганической химии им. Н. С. Курнакова РАН», г. Москва, РФ

Васильева И. Е.

д. техн. наук, ФГБУН Институт геохимии им. А. П. Виноградова Сибирского отделения Российской академии наук, г. Иркутск, РФ

Волкова Р. А.

д. биол. наук, ФГБУ «Научный центр экспертизы средств медицинского применения Росздравнадзора» Минздрава России, г. Москва, РФ

Дидик Ю. И.

ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии», г. Екатеринбург, РФ

Донбаева В. А.

РГП «Казахстанский институт метрологии» (КазИнМетр), г. Алматы, Казахстан

Добровинский И. Е.

канд. техн. наук, г. Екатеринбург, РФ

Казанцев В. В.

канд. хим. наук, ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии», г. Екатеринбург, РФ

Катков А. С.

д. техн. наук, ФГУП «Всероссийского научно-исследовательского института метрологии им. Д. И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, РФ

Конопелько Л. А.

д. техн. наук, ФГУП «Всероссийского научно-исследовательского института метрологии им. Д. И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, РФ

Крылов А. И.

д. хим. наук, ФГУП «Всероссийского научно-исследовательского института метрологии им. Д. И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, РФ

Кулев Д. Х.

д. техн. наук, ГНУ ФГБНУ «Всероссийского научно-исследовательского института пищевых добавок» Россельхозакадемии, г. Санкт-Петербург, РФ

Кусельман И. И.

д. техн. наук, независимый консультант в области метрологии, Израиль

Литвинов Б. Я.

д. техн. наук, ФГУП «Всероссийского научно-исследовательского института метрологии им. Д. И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, РФ

Осинцева Е. В.

канд. хим. наук, ООО «Югра-ПГС», г. Сургут, РФ

Панева В. И.

канд. техн. наук, г. Екатеринбург, РФ

Потапов А. И.

д. техн. наук, ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургского горного университета», С. Петербург, РФ

Походун А. И.

д. техн. наук, ФГУП «Всероссийского научно-исследовательского института метрологии им. Д. И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, РФ

Слаев В. А.

д. техн. наук, ФГУП «Всероссийского научно-исследовательского института метрологии им. Д. И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, РФ

Степановских В. В.

канд. техн. наук, ЗАО «Института стандартных образцов», г. Екатеринбург, РФ

Сясько В. А.

д. техн. наук, ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургского горного университета», г. Санкт-Петербург, РФ

Чуновкина А. Г.

д. техн. наук, ФГУП «Всероссийского научно-исследовательского института метрологии им. Д. И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, РФ

CHIEF EDITOR

Sergei V. Medvedevskikh

Ph. D. (Eng.), Director of Ural Research Institute for Metrology (UNIIM)
Ekaterinburg, Russian Federation

DEPUTY CHIEF EDITOR

Mikhail V. Okrepilov

D. Sc. (Eng.), Associate Professor, Deputy Director for Quality and Educational Activities, Head of the Theoretical and Applied Metrology Department, D. I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM)
Saint Petersburg, Russian Federation

Egor P. Sobina

Ph. D. (Chem.), Deputy Director for Innovation, Head of laboratory of metrological assurance and nanoindustry, UNIIM, corresponding member of the Russian Academy of Metrology
Ekaterinburg, Russian Federation

Olga N. Kremleva

Acting Head of State Service of Reference Materials, UNIIM
Ekaterinburg, Russian Federation

EDITOR

Anna S. Sergeeva

Cand. Sci. (Chem.), research associate UNIIM
Ekaterinburg, Russian Federation

EXECUTIVE SECRETARY

Natalia S. Taraeva

UNIIM
Ekaterinburg, Russian Federation

PROOF-READER

Alena V. Bortnikova

TRANSLATOR

Anna V. Kveglis

UNIIM
Ekaterinburg, Russian Federation

LAYOUT, COLOUR CORRECTION

Vladislav V. Taskaev

EDITORIAL BOARD

Alexander N. Atanov

Ph. D. (Chem.), Center of Reference Materials and High-Purity Substances, Saint Petersburg, Russian Federation

Vasilisa B. Baranovskaja

D. Sc. (Chem.), Kurnakov Institute of General and Inorganic Chemistry of the Russian Academy of Sciences (IGIC RAS), Moscow, Russian Federation

Anna G. Chunovkina

D. Sc. (Eng.), D. I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM), Saint Petersburg, Russian Federation

Yuriy I. Didik

UNIIM, Ekaterinburg, Russian Federation

Igor E. Dobrovinskiy

Ph. D. (Eng.), Ekaterinburg, Russian Federation

Vera A. Donbaeva

Kazakhstan Institute of Metrology, Almaty, Kazakhstan

Aleksandr S. Katkov

D. Sc. (Eng.), D. I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM), Saint Petersburg, Russian Federation

Vyacheslav V. Kazantsev

Ph. D. (Chem.), UNIIM, corresponding member of the Russian Academy of Metrology, Ekaterinburg, Russian Federation

Leonid A. Konopelko

D. Sc. (Eng.), D. I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM), Saint Petersburg, Russian Federation

Anatoliy I. Krylov

D. Sc. (Chem.), D. I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM), Saint Petersburg, Russian Federation

Dmitriy Kh. Kulev

D. Sc. (Eng.), All-Russia Research Institute for Food Additives, the Russian Academy of Agricultural Sciences, Saint Petersburg, Russian Federation

Ilya Kuselman

D. Sc. (Eng.), Independent Consultant on Metrology, Israel

Boris Ya. Litvinov

D. Sc. (Eng.), D. I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM), Saint Petersburg, Russian Federation

Elena V. Osintseva

Ph. D. (Chem.), «Yugra-PGS, Surgut, Russian Federation

Vera I. Paneva

Ph. D. (Eng.), Ekaterinburg, Russian Federation

Anatoliy I. Pokhodun

D. Sc. (Eng.), D. I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM), Saint Petersburg, Russian Federation

Anatoliy I. Potapov

D. Sc. (Eng.), Saint Petersburg Mining University, Saint Petersburg, Russian Federation

Valeriy A. Slayev

D. Sc. (Eng.), D. I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM), Saint Petersburg, Russian Federation

Valeriy V. Stepanovskikh

Ph. D. (Eng.), Institute for Reference Materials, Ekaterinburg, Russian Federation

Vladimir A. Syasko

D. Sc. (Eng.), Saint Petersburg Mining University, Saint Petersburg, Russian Federation

Irina E. Vasileva

D. Sc. (Eng.), A. P. Vinogradov Institute of Geochemistry SB RAS, Irkutsk, Russian Federation

Rauza A. Volkova

D. Sc. (Biol.), the Centre for Expert Evaluation and Control of Medical Immuno-biological Preparations, «Scientific Centre for expert evaluation of Medical Products», Russian Ministry of Health, Moscow, Russian Federation

Журнал «Стандартные образцы» имеет тематическую направленность и публикует результаты фундаментальных и прикладных исследований специалистов, работающих в области метрологии и смежных наук, связанных с вопросами стандартных образцов на территории Российской Федерации и за рубежом.

Приоритетные задачи и направления журнала состоят в создании открытой площадки для обмена научной информацией, отражающие научные взгляды, результаты и достижения фундаментальных и прикладных исследований специалистов, работающих в области метрологии и смежных наук, связанных с вопросами стандартных образцов, а также для популяризации вопросов, связанных со стандартными образцами, как техническую и нормативно-методическую основу, необходимую для обеспечения единства и точности измерений.

Публикуемые материалы, соответствуют следующим темам:

- метрологическое обеспечение химического анализа;
- создание новых научных, технических и нормативно-методических решений, обеспечивающих повышение качества продукции;
- проведение фундаментальных научных исследований по изысканию и использованию новых физических эффектов с целью создания новых и совершенствования существующих методов и средств измерений высшей точности;
- совершенствование системы обеспечения единства измерений в стране;
- разработка и внедрение новых государственных эталонов единиц физических величин, позволяющих существенно повысить единство и точность измерений;
- методы химического анализа (химические и физико-химические методы, атомная и молекулярная спектроскопия, хроматография, рентгеновская спектроскопия, масс-спектрометрия, ядерно-физические методы и др);
- аналитические приборы;
- математическое обеспечение химического анализа.

В журнале может быть опубликована статья любого автора, независимо от места проживания, национальности и наличия ученой степени, представивший ранее не опубликованный материал, не предназначенный к одновременной публикации в других изданиях. Прием статей для публикации в журнале осуществляется в постоянном режиме.

ОСНОВНЫЕ РАЗДЕЛЫ ЖУРНАЛА:

Передовая статья

- Научно-методические подходы, концепции

Оригинальные статьи

- Разработка, производство стандартных образцов
- Применение стандартных образцов
- Сличения стандартных образцов
- Современные методы анализа веществ и материалов

Методические материалы. Нормативы. Стандарты. Международные стандарты.

Переводы

Материалы конференций

Информация. Новости. События

Журнал осуществляет научное рецензирование («двустороннее слепое») всех поступающих в редакцию материалов с целью экспертной оценки.

Редакция журнала направляет авторам представленных материалов копии рецензий или мотивированный отказ в публикации.

Редакция журнала направляет копии рецензий в Министерство образования и науки Российской Федерации при поступлении соответствующего запроса.

Журнал входит:

в Перечень российских рецензируемых научных журналов, в которых должны быть опубликованы основные научные результаты диссертаций на соискание ученых степеней доктора и кандидата наук по группе специальностей 05.11.00 – приборостроение, метрология и информационно-измерительные приборы и системы;
Международный справочник научных изданий Ulrichsweb Global Serials Directory;
Базы данных Всероссийского института научной и технической информации Российской академии наук (ВИНИТИ РАН).

Журнал индексируется и архивируется:
в Российской государственной библиотеке;
Российском индексе научного цитирования (РИНЦ);
электронной библиотеке «КиберЛенинка».

Журнал является членом Cross Ref.

Материалы журнала доступны по лицензии
Creative Commons «Attribution» («Атрибуция») 4.0 Всемирная.



«Reference Materials» has a thematic focus and publishes results of basic and applied research of specialists working in the sphere of metrology and interdisciplinary sciences related to the issues of reference materials on the territory of the Russian Federation and abroad.

Priority tasks and areas of the journal consist in creating an open platform for the exchange of scientific information reflecting scientific views, results and achievements of basic and applied research of specialists working in the sphere of metrology and interdisciplinary sciences related to the issues of reference materials, as well as promotion of issues related to reference materials as a technical, regulatory and guidance base necessary for assuring uniformity and accuracy of measurements.

The published materials correspond to the group of specialties:

05.11.00 – instrument making, metrology and information-measuring instruments and systems;

on the following topics:

- methods of chemical analysis (chemical and physico-chemical methods, atomic and molecular spectroscopy, chromatography, x-ray spectroscopy, mass spectrometry, nuclear-physical methods of analysis, etc.);
- analytical instruments;
- mathematical support for chemical analysis;
- metrological assurance of chemical analysis;
- creating new scientific, technical, regulatory and guidance solutions ensuring enhancement of product quality;
- conducting basic scientific research into discovery and use of new physical effects in order to create new and perfect existing measurement methods and instruments of the highest accuracy;
- perfecting the system of measurement uniformity assurance in the country;
- developing and implementing new state measurement standards of measurement units allowing to increase uniformity and accuracy of measurements considerably.

The journal accepts for publication editorials and original articles, analytical, scientific and research, scientific and methodological materials, as well as materials intended for consultation and information; translations of published articles from foreign journals (with the consent of the right holder for the translation and publication); reviews; commentaries and event reports.

Any author who submits a manuscript that has not been published before and that is not intended for simultaneous publication in other periodicals can be published in the journal irrespective of the author's place of residence, nationality and having an academic degree or not. Reception of articles for publication in the journal is implemented on an ongoing basis.

SECTIONS:

Editorial

- Scientific and methodological approaches, concepts

Original papers

- Development, production of reference materials
- Use of reference materials
- Measurement standards
- Comparisons of reference materials
- Modern methods of analyzing substances and materials

Guidance papers

Norms. Standards

International standards

Translations

Conference proceedings

Info. News. Events

For complex expert evaluation, all manuscripts undergo «double-blind» review.

All reviewers are acknowledged experts in areas they are responsible for. Reviews are stored in the publishing house and the editorial office for 5 years.

The editorial staff sends the authors of the submitted materials copies of reviews or a substantiated refusal.

The editorial staff of the journal forwards copies of reviews to the Ministry of Education and Science of the Russian Federation by request.

International directory of scientific publications:

Ulrichsweb Global Serials Directory;

The database of the All-Russian Institute for Scientific and Technical Information of the Russian Academy of Sciences (VINITI RAS).

The journal is indexed and archived in:

the Russian State Library,
Russian Science Citation Index (RSCI),
electronic library «CyberLeninka».

The journal is a member of Cross Ref.

The materials of the journal are available under
Creative Commons «Attribution» 4.0 license.



DOI: 10.20915/2077-1177-2018-14-3-4-9-15
УДК 006.9:53.089.68:541.1

О МНОГОПАРАМЕТРИЧЕСКИХ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦАХ ДЛЯ МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ В ОБЛАСТИ КОНТРОЛЯ ПАРАМЕТРОВ ПОКРЫТИЙ

© В. В. Казанцев, А. С. Васильев

ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии»,
г. Екатеринбург, Российская Федерация
E-mail: kazantsev@uniim.ru

Поступила в редакцию 10 мая 2018 г., после доработки – 6 июня 2018 г.
Принята к публикации – 10 сентября 2018 г.

В представленной статье проведен анализ состояния и перспектив развития метрологического обеспечения и стандартизации в области измерений поверхностной плотности, толщины и химического состава покрытий. Приведены основные характеристики государственного первичного эталона ГЭТ 168-2015 и разработанных многопараметрических стандартных образцов.

Ключевые слова: многопараметрический стандартный образец, покрытие, толщина, поверхностная плотность, химический состав, поверочная схема, погрешность, неопределенность

Ссылка при цитировании:

Казанцев В. В., Васильев А. С. О многопараметрических стандартных образцах для метрологического обеспечения в области контроля параметров покрытий // Стандартные образцы. 2018. Т. 14. № 3–4. С. 9–15. DOI 10.20915/2077-1177-2018-14-3-4-9-15.

For citation:

Kazantsev V. V., Vasilyev A. S. Multiparametric reference materials for metrological support in the area of coating parameter control. Reference materials. 2018; 14(3–4). 9–15. DOI 10.20915/2077-1177-2018-14-3-4-9-15 (In Russ.).

MULTIPARAMETRIC REFERENCE MATERIALS FOR METROLOGICAL SUPPORT IN THE AREA OF COATING PARAMETER CONTROL

© Vyacheslav V. Kazantsev, Aleksander S. Vasilyev

FGUP Ural Research Institute for Metrology,
Ekaterinburg, 620075, Russian Federation
E-mail: kazantsev@uniim.ru

Received – 10 May 2018. Revised – 16 June 2018.

Accepted for publication – 10 September 2018.

The present work analyses the state and development prospects of metrological support and standardization of in the field of measuring surface density, thickness and chemical composition of coatings. The main characteristics of the State Primary Measurement Standard GET 168-2015 and developed multiparameter reference materials are described.

Keywords: multiparameter reference material, coating, thickness, surface density, chemical composition, verification scheme, error, uncertainty

Используемые сокращения:

ГЭТ 168-2015 – Государственный первичный эталон единиц поверхностной плотности и массовой доли элементов в покрытиях ГЭТ 168-2015

ПП – поверхностная плотность покрытия

СО – стандартный образец

РФА – рентгенофлуоресцентный метод анализа

ЭС – эталон сравнения

Abbreviations used in the article:

GET 168-2015 – State Primary Measurement Standard for units of surface density and mass fraction of elements in coatings
GET 168-2015

SCD – surface coating density

RM – reference material

XRF – X-ray fluorescence

TS – transfer standard

Введение

В последнее десятилетие наметилась и развивается тенденция создания универсальных средств измерений параметров покрытий, основанных на рентгенофлуоресцентном методе, позволяющих выполнять измерения не только однослойных и однокомпонентных, но и многослойных и многокомпонентных покрытий, измеряющих одновременно толщину и поверхностную плотность (ПП), а также химический состав покрытия [1].

Подтверждением этого факта является наличие более 10 типов, прошедших испытания и внесенных в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений рентгенофлуоресцентных анализаторов и толщиномеров покрытий, которые отличаются широкими измерительными возможностями, в том числе возможностью измерения химического состава многокомпонентных и многослойных (до 24 слоев) покрытий, измерения поверхностной плотности от 0,1 до 500 г/м² и толщины покрытий от 0,01 до 50 мкм, химического состава от 1 до 100 %.

Одновременно с этим получило развитие метрологическое обеспечение в данном виде измерений и прежде всего создание эталонных средств измерений, включая государственный первичный эталон ГЭТ 168-2015 [2], СО ПП, толщины и химического состава двухкомпонентных покрытий [3, 4]. Это свидетельствует о необходимости комплексного решения проблемы обеспечения единства измерений параметров покрытий с учетом актуальности этого вида измерений при разработке и внедрении современных технологий создания в первую очередь специальных (в частности, композиционных и наноструктурированных покрытий) и необходимости измерений и контроля параметров таких покрытий.

Обзор литературы

Следует отметить, что рентгенофлуоресцентному методу анализа (РФА), имеющему определенные преимущества перед другими методами прежде всего потому, что он является неразрушающим, уделяется

много внимания в научной литературе. В работе [5] дан представительный обзор работ, связанных с использованием РФА, в основном для проведения количественного химического анализа различных твердотельных пленок и покрытий. Особый интерес представляют работы, включающие цикл исследований по изготовлению, экспериментальным и теоретическим исследованиям систем в виде двухкомпонентных Co-Ni/Cr [6] и двухслойных пленок [7]. Например, в [7] приведены результаты исследований двухслойных пленок на поликоре (беспористая прозрачная керамика), полученных ионно-плазменным методом напыления в вакууме, верхний слой которых – трехкомпонентный (Fe-Ni-Mo), толщиной от 300 до 430 нм, нижний – однокомпонентный (Cr), толщиной от 27 до 50 нм.

Нормативное обеспечение в этом виде измерений представлено национальными [8, 9] и зарубежными стандартами [10–12].

Государственная поверочная схема для средств измерений поверхностной плотности покрытий, регламентированная национальным стандартом [8], в настоящее время пересмотрена с учетом новых метрологических характеристик ГЭТ 168-2015 и взамен [8] утверждена «Государственная поверочная схема для средств измерений поверхностной плотности и массовой доли элементов в покрытиях» (приказ Росстандарта от 28.09.2018 № 2089), которая вводится в действие с 01.01.2019. В данной поверочной схеме предусмотрено 2 ветви передачи единиц: одна ветвь («более точная») для однокомпонентных и многокомпонентных однослойных покрытий, другая («менее точная») для многослойных покрытий.

Классификацию, порядок применения и оформления документов на средства поверки толщиномеров покрытий в виде мер толщины и СО ПП покрытий устанавливает национальный стандарт [9].

Международные стандарты устанавливают требования к измерительным возможностям метода, включая диапазон измерений [10], терминологию, основные принципы измерения, калибровки и оценки результатов измерений рентгенофлуоресцентным методом [11, 12].

Материалы и методы

В 2016–2018 гг. ФГУП «УНИИМ» провел исследование двух типов СО поверхностной плотности, толщины и массовой доли элементов в покрытии с применением государственного первичного эталона единиц поверхностной плотности и массовой доли элементов в покрытиях ГЭТ 168–2015:

– СО с покрытием сплавом железо-никель на кремнии (утвержден ГСО 10880–2017);

– СО с покрытием сплавом железо-никель-кобальт на кремнии (на утверждении).

Основание данных СО изготовлено из монокристаллического кремния в виде пластины диаметром $(60 \pm 0,5)$ мм и толщиной $(0,3 \pm 0,1)$ мм. На специально подготовленную пластину методом высокочастотного ионно-плазменного магнетронного распыления нанесено покрытие сплавом никель-железо (или железо-никель-кобальт) с применением установки Orion-8 (фирма AGA, США) на кафедре магнетизма и магнитных наноматериалов Института естественных наук ФГАОУ ВПО «УрФУ им. первого Президента России Б. Н. Ельцина» (г. Екатеринбург).

Измерения поверхностной плотности, толщины и массовой доли железа и никеля в покрытии ГСО 10880–2017 проводилось по разработанной методике МВ-07–ГЭТ-168–2015 [13], оценка неопределенности проводилась по МРН-10–ГЭТ-168–2015 [14], расчет погрешности проведен по РМГ 53–2002 [15].

По технологии, соответствующей технологии изготовления СО, были изготовлены эталоны сравнения (ЭС) с покрытием сплавом железо-никель (железо-никель-кобальт) на кремнии. Вся площадь ЭС была измерена на блоке № 5 ГЭТ 168-2015 для получения интегральных значений интенсивности в каналах железа и никеля (железа, никеля и кобальта).

Интегральное значение ПП ЭС определено гравиметрическим методом с использованием компаратора массы ССЕ 66 «Sartorius» (Германия) и инструментального микроскопа ИМЦ-50х150 (Новосибирский приборостроительный завод, Россия). После завершения измерений на ГЭТ 168-2015 проведены измерения химического состава покрытия эталонов сравнения на государственном вторичном эталоне единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации металлов в жидких и твердых веществах и материалах ГВЭТ 196-1-2012, основанном на методе атомно-эмиссионной спектроскопии, по методике МВВВ–ГВЭТ 196-1-2012 [16].

Уравнение измерений массовой доли элементов в покрытии СО описывается формулой:

$$c_j = \frac{\hat{\beta}_j I_j}{\sum_{i=1}^n \hat{\beta}_i I_i}, \quad (1)$$

где $\hat{\beta}_j$ – коэффициент чувствительности для j химического элемента покрытия, определенный по результатам измерений массовой доли элементов в покрытии эталонов сравнения с использованием ГВЭТ 196-1-2012, %/(имп·с⁻¹);

I_j – интенсивность в канале j - химического элемента при измерении СО, имп-с-1.

Уравнение измерений поверхностной плотности покрытий СО описывается формулой:

$$\rho = \hat{\rho} \frac{\sum_{i=1}^n \hat{\beta}_i I_i}{\sum_{i=1}^n \hat{C}_i}, \quad (2)$$

где $\hat{\rho}$ – интегральное значение ПП покрытия ЭС, рассчитанное по результатам измерений гравиметрическим методом, г/м².

Значение толщины покрытия СО в нанометрах рассчитывалось по формуле:

$$h = \frac{\rho}{\gamma} \cdot 10^9, \quad (3)$$

где γ – значение плотности материала покрытия по ГОСТ 9.302–88 [17], г/м³.

Проведена оценка однородности покрытия ГСО 10880–2017 по массовой доле элементов и толщине покрытия по ГОСТ 8.531-2002 [18], результаты оценки однородности учтены в значениях погрешности и неопределенности аттестованных значений СО.

Результаты исследования

Аттестованные характеристики ГСО 10880–2017 приведены в табл. 1.

Как видно из табл. 1, характеристики погрешности и расширенной неопределенности СО уменьшаются в 2–3 раза с увеличением ПП и толщины покрытия и это связано в первую очередь с увеличением точности измерений массы покрытия при использовании гравиметрического метода при измерении ЭС. По этой же причине увеличивается точность аттестованных значений массовой доли элементов в покрытии (особенно в случае железа).

Полученные при испытаниях характеристики СО поверхностной плотности, толщины и массовой доли элементов в покрытии сплавом железо-никель-кобальт на кремнии приведены в табл. 2.

Как видно из табл. 2, изменение характеристик точности с увеличением ПП и толщины покрытия аналогичное, полученным для СО с двухкомпонентным покрытием. Заметное увеличение в 2–3 раза по отношению к железу наблюдается для доверительных границ относительной погрешности и, соответственно, расширенной неопределенности для массовой доли ко-

Таблица 1. Аттестованные характеристики ГСО 10880–2017 Стандартный образец с покрытием сплавом железо-никель на кремнии

Table 1. Certified characteristics of GSO 10880–2017 (CRM having an iron-nickel based coating applied on silicon base)

Индекс СО в комплекте	Наименование аттестованной характеристики	Аттестованное значение	Доверительные границы относительной погрешности при $P=0,95\%$	Относительная расширенная неопределенность при $k=2$, %
1	Поверхностная плотность покрытия, г/м ²	0,823	2,4	2,2
2		3,372	0,9	1,0
3		8,575	0,8	0,8
1	Толщина покрытия, нм	93,8	2,4	2,2
2		384,5	0,9	1,0
3		977,8	0,8	0,8
1	Массовая доля железа, %	12,47	4,6	4,6
2		11,79	1,7	1,8
3		11,76	1,9	1,9
1	Массовая доля никеля, %	88,30	0,9	0,9
2		88,13	0,3	0,3
3		87,95	0,4	0,4

Таблица 2. Результаты испытаний СО с покрытием железо-никель-кобальт на кремнии
 Table 2. Test results of the CRM having an iron-nickel-cobalt based coating applied on silicon base

Индекс СО в комплекте	Наименование аттестованной характеристики	Аттестованное значение	Доверительные границы относительной погрешности при $P=0,95$, %	Относительная расширенная неопределенность при $k=2$, %
1	Поверхностная плотность покрытия, г/м ²	0,730	1,4	1,5
2		2,84	0,9	1,0
3		8,25	0,9	0,9
1	Толщина покрытия, нм	83,2	1,5	1,6
2		323	0,9	1,0
3		941	0,8	0,9
1	Массовая доля железа, %	11,78	2,4	2,5
2		13,92	1,9	2,0
3		11,64	1,9	1,9
1	Массовая доля никеля, %	87,00	0,3	0,3
2		84,18	0,3	0,3
3		87,09	0,4	0,4
1	Массовая доля кобальта, %	0,86	6,0	6,0
2		1,02	5,0	5,0
3		1,00	6,0	6,0

бальта, это объясняется малой концентрацией данного элемента в покрытии.

Заключение

В целом полученные значения характеристик точности для исследованных СО соответствуют указанным в «Государственной поверочной схеме для средств измерений поверхностной плотности и массовой доли элементов в покрытиях» как для поверхностной плотности, так и массовых долей железа, никеля и кобальта в покрытиях на кремнии.

С учетом высоких антикоррозионных свойств сплава никель-железо, его высокой механической проч-

ности, а также известной стабильности СО – аналога ГСО 9936–2011 [4] – установлена периодичность контроля метрологических характеристик ГСО 10880-2017-1 раз в 2 года.

Вклад соавторов

А. С. Васильев провел экспериментальные исследования и подготовил материалы для статьи, В. В. Казанцев сделал обзор литературы, обобщил результаты исследования и подготовил заключение.

Все авторы прочитали и одобрили окончательный вариант рукописи.

ЛИТЕРАТУРА

1. Казанцев В. В., Васильев А. С. Состояние и перспективы развития метрологического обеспечения и стандартизации в области неразрушающего контроля покрытий радиационными методами // В мире неразрушающего контроля. 2017. Т. 20, № 1. С. 30–31.
2. Казанцев В. В., Медведевских С. В., Васильев А. С. Государственный первичный эталон единиц поверхностной плотности и массовой доли элементов в покрытиях ГЭТ 168-2015 // Измерительная техника. 2018. № 9. С. 17–19. DOI: 10.32446/0368–1025it-2018-9-17-19
3. Казанцев В. В., Васильев А. С. Исследование методов и средств создания многопараметрических стандартных образцов состава и свойств покрытий // Стандартные образцы. 2014. № 1. С. 42–46.
4. Собина Е. П., Медведевских С. В., Казанцев В. В. Создание стандартных образцов состава, толщины и поверхностной плотности нанопокрывтий пермаллоя на кремнии // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2012. Т. 78. № 8. 64–68.
5. Игнатова Ю. А., Еритенко А. Н., Ревенко А. Г., Цветянский А. Л. Рентгенофлуоресцентный анализ твердотельных пленок и покрытий // Аналитика и контроль. 2011. Т. 15. № 2. С. 126–140.
6. Машин Н. И., Ершов А. В., Машин А. И., Туманова А. Н. Определение состава и толщины пленок системы Co-Ni/Cr рентгенофлуоресцентным методом // Прикладная спектроскопия. 2000. Т. 55. № 6. С. 689–691.
7. Машин Н. И., Леонтьева А. А., Лебедева Р. В., Туманова А. Н. Определение состава и толщины двухслойных систем Fe-Ni-Mo/Cr/поликоррентгенофлуоресцентным методом // Вестник Нижегородского университета им. Н. И. Лобачевского. 2009. № 2. С. 89–95.
8. ГОСТ Р 8.612-2011 ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений поверхностной плотности покрытий в диапазоне от 0,0001 до 1,000 кг/м². М.: Стандартинформ, 2014. 6 с.
9. ГОСТ Р 55613–2013 Контроль неразрушающий. Меры образцовые для поверки толщиномеров неорганических покрытий. Общие положения. М.: Стандартинформ, 2015. 5 с.
10. ASTM B568–98(2014) Стандартный рентгеноспектрометрический метод измерений толщины покрытий.
11. DIN 51418-2-2015 Анализ рентгеновский эмиссионный и рентгеновский флуоресцентный. Часть 2. Термины и определения и основные принципы, касающиеся измерения, калибровки и оценки результатов.

REFERENCES

1. Kazantsev V. V., Vasiliev A. S. Metrological Assurance and Standardization Status and Future Development for Nondestructive Testing of Coating Parameters Using Radiation Methods. NDT World. 2017; 20(1):30–31. (In Russ.).
2. Kazantsev V. V., Medvedevskikh S. V., Vasilyev A. S. State primary measurement standard of surface density and mass fraction of elements in coatings GET 168-2015. Measurement Techniques. 2018; (9):17–19. (In Russ.).
3. Kazantsev V. V., Vasiliev A. S. The study of methods and tools for production of multi-parameter reference materials for composition and properties of coatings. Reference materials. 2014;(1):42–46. (In Russ.).
4. Sobina E. P., Medvedevskikh S. V., Kazantsev V. V. et al. Creating a standard specimens of composition, thickness, and surface density of permalloy nanocoatings on silicon. Industrial laboratory. Diagnostics of materials. 2012;78(8):64–68. (In Russ.).
5. Ignatova Yu. A., Yeritenko A. N., Revenko A. G., Tsvetyansky A. L. X-RAY fluorescence analysis of solid films and coverings. Analitika i kontrol. 2011;15(2):126–140. (In Russ.).
6. Mashin N. I., Ershov A. V., Mashin A. I., Tumanova A. N. Determination of the composition and thickness of Co-Ni/Cr system films by X-ray fluorescence. Journal of Applied Spectroscopy. 2000;55(6):689–691.
7. Mashin N. I., Leont'eva A. A., Lebedeva R. V., Tumanova A. N. Determination of the composition and thickness of double-layer Fe-Ni-Mo/Cr by X-ray fluorescence analysis. Vestnik of Lobachevsky University of Nizhni Novgorod. 2009;(2):89–95. (In Russ.).
8. GOST R 8.612-2011 State system for ensuring the uniformity of measurements. State verification schedule for means of measuring the surface density of coating in the range from 0,0001 to 1,000 kg/m². Moscow: Standartinform Publ., 2014. 6 pp. (In Russ.).
9. GOST R 55613–2013 Nondestructive testing. Reference measures for calibration of thickness gauges of inorganic coverings. General. Moscow: Standartinform Publ., 2015. 5 pp. (In Russ.).
10. ASTM B568–98 (2014) Standard Test Method for Measurement of Coating Thickness by X-Ray Spectrometry
11. DIN 51418-2-2015 X-ray spectrometry – X-ray emission and X-ray fluorescence analysis (XRF) – Part 2: Definitions and basic principles for measurements, calibration and evaluation of results.

12. ISO 3497:2000 Покрытия металлические. Измерение толщины покрытия. Спектрометрические рентгеновские методы. // ISO [Электронный ресурс]. URL: www.iso.org/standard/20319.html

13. МВ-07-ГЭТ-168–2015 ГСИ. Методика воспроизведения единиц поверхностной плотности и массовой доли элементов в покрытиях на ГЭТ 168.

14. МРН-10-ГЭТ-168–2015 ГСИ. Методика расчета неопределенности воспроизведения единиц поверхностной плотности и массовой доли элементов в покрытиях на ГЭТ 168.

15. РМГ 53–2002 ГСИ. Стандартные образцы. Оценивание метрологических характеристик с использованием эталонов и образцовых средств измерений. М.: Издательство стандартов, 2004.

16. МВВ-ГВЭТ 196-1-2012 ГСИ. Методика воспроизведения единицы массовой доли элемента в покрытиях на ГВЭТ 196-1-2012.

17. ГОСТ 9.302–88 Единая система защиты от коррозии и старения. Покрытия металлические и неметаллические неорганические. Методы контроля. М.: Издательство стандартов, 1990.

18. ГОСТ 8.531-2002 Стандартные образцы состава монолитных и дисперсных материалов. Способы оценивания однородности. М.: Издательство стандартов, 2002.

12. ISO 3497:2000 Metallic coatings -Measurement of coating thickness – X-ray spectrometric methods. Available at: URL: www.iso.org/standard/20319.html

13. MV-07-GET-168–2015 GSI. The procedure for reproducing the units of surface density and mass fraction of elements in coatings using GET 168

14. MRN-10-GET-168–2015 GSI. The procedure for calculating the uncertainty of reproducing the units of surface density and the mass fraction of elements in coatings using GET 168

15. RMG 53–2002 State system for ensuring the uniformity of measurements. Reference materials. Evaluation of metrological characteristics with the use of measurement standards and reference devices. Moscow: Publishing House of Standards, 2004. (In Russ.).

16. MVV-GVET 196-1-2012 GSI. The procedure for reproducing the unit of element mass fraction in coatings using GVET 196-1-2012.

17. GOST 9.302–88 Unified system of corrosion and ageing protection. Metal and non-metal inorganic coatings. Control methods. Moscow: Publishing House of Standards, 2001. (In Russ.).

18. GOST 8.531-2002 State system for ensuring the uniformity of measurements. Reference materials of composition of solid and disperse materials. Ways of homogeneity assessment. Moscow, Publishing House of Standards, 2002. (In Russ.).

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Казанцев Вячеслав Васильевич – канд. хим. наук, заместитель директора по научной работе ФГУП «УНИИМ». Российская Федерация, 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4.
e-mail: kazantsev@uniim.ru

Васильев Александр Сергеевич – научный сотрудник ФГУП «УНИИМ». Российская Федерация, 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4.
e-mail: vasilyev@uniim.ru

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Vyacheslav V. Kazantsev – Ph.D (Chem), Science Deputy Director, FGUP UNIIM. 4 Krasnoarmeyskaya St., Ekaterinburg, 620075, Russian Federation.
e-mail: kazantsev@uniim.ru

Aleksander S. Vasilyev – researcher, FGUP UNIIM. 4 Krasnoarmeyskaya St., Ekaterinburg, 620075, Russian Federation.
e-mail: vasilyev@uniim.ru

■ РАЗРАБОТКА, ПРОИЗВОДСТВО СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ / DEVELOPMENT AND PRODUCTION OF REFERENCE MATERIALS

DOI: 10.20915/2077-1177-2018-14-3-4-17-32

УДК 006.82:543.08:543.51

МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ СОДЕРЖАНИЯ ДИОКСИНОВ. СТАНДАРТНЫЙ ОБРАЗЕЦ МАССОВОЙ ДОЛИ ДИОКСИНОВ В ЖИВОТНОМ ЖИРЕ*

© А. Г. Будко, А. Ю. Михеева, А. И. Крылов

ФГУП «Всероссийский Научно-Исследовательский Институт Метрологии им. Д. И. Менделеева»

(ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»), г. Санкт-Петербург, Россия

ORCID 0000-0002-4288-2916

E-mail: akrylov@b10.vniim.ru

Поступила в редакцию – 15 апреля 2018 г., после доработки – 20 июля 2018 г.

Принята к публикации – 10 сентября 2018 г.

В статье представлена информация о разработке нового типа стандартного образца (СО) массовой доли диоксинов в животном жире, обеспеченного метрологической прослеживаемостью. Приведено описание процедуры приготовления материала СО и его аттестации. В качестве аналитического метода установления аттестованных характеристик использован метод ГХ–МСНР с изотопным разбавлением. Проведена оценка неопределенности от неоднородности и нестабильности материала СО для учета их вклада в неопределенность аттестованных значений. Приведены результаты межлабораторных сравнительных испытаний (МСИ), в которых в качестве объекта исследований была использована опытная партия разработанного СО. Результаты измерений, представленные участниками МСИ, хорошо согласуются с аттестованными характеристиками СО. Аттестованные значения массовых долей диоксинов (группа ПХДФ) в материале СО находятся в диапазоне от 1 до 1000 нг/кг. Относительная расширенная неопределенность аттестованных значений составляет от 10 до 20%.

Ключевые слова: стандартный образец, диоксины, аттестованное значение, неопределённость, прослеживаемость, метод массового баланса, неоднородность, нестабильность

Ссылка при цитировании:

Будко А. Г., Михеева А. Ю., Крылов А. И. Метрологическое обеспечение измерений содержания диоксинов. Стандартный образец массовой доли диоксинов в животном жире. // Стандартные образцы. 2018. Т. 14. № 3–4 С. 17–32. DOI 10.20915/2077-1177-2018-14-3-4-17-32.

For citation:

Budko A. G., Mikhееva A. Y., Krylov A. I. Metrological assurance of dioxin measurements. A certified reference material for measuring the dioxin mass fraction in animal fat. Reference materials. 2018; 14(3–4). 17–32. DOI 10.20915/2077-1177-2018-14-3-4-17-32 (In Russ.).

* Материалы данной статьи переведены на английский язык и опубликованы в сборнике «Reference Materials in Measurement and Technology», издательство Springer.

METROLOGICAL ASSURANCE OF DIOXIN MEASUREMENTS. A CERTIFIED REFERENCE MATERIAL FOR MEASURING THE DIOXIN MASS FRACTION IN ANIMAL FAT

© Alexandra G. Budko, Alena Y. Mikheeva, Anatoliy I. Krylov

D. I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM), Saint Petersburg, Russia

ORCID 0000-0002-4288-2916

E-mail: akrylov@b10.vniim.ru

Received – 15 April 2018. Revised – 20 July 2018.

Accepted for publication – 10 September 2018.

The paper presents information on the development of a new certified reference material (CRM) for mass fraction of dioxins in animal fat, with established metrological traceability. A procedure for preparing and certifying CRM material is given. The GC–LRMS method with isotopic dilution was used as an analytical method for establishing certified characteristics. The uncertainties due to inhomogeneity and instability of the CRM material were estimated in order to account for their contribution to the uncertainty of certified values. In addition, the results of interlaboratory comparisons (ILC) for an experimental batch of the developed CRM are presented. Measurement results provided by ILC participants are shown to be in good agreement with the certified characteristics of the CRM. The certified values of dioxin mass fractions (PCDF group) in the CRM material are established to vary from 1 to 1000 ng / kg, with the relative expanded uncertainty ranging from 10 to 20%.

Keywords: certified reference material (CRM), dioxin, certified value, uncertainty, traceability, mass balance method, homogeneity, stability.

Используемые в статье сокращения:

ТХДД – группа тетрахлорированных дибензо-п-диоксинов
ПeХДД – группа пентахлорированных дибензо-п-диоксинов
ГкХДД – группа гексахлорированных дибензо-п-диоксинов
ГпХДД – группа гептахлорированных дибензо-п-диоксинов
ОХДД – октахлорированный дибензо-п-диоксин
ТХДФ – группа тетрахлорированных дибензофуранов
ПeХДФ – группа пентахлорированных дибензофуранов
ГкХДФ – группа гексахлорированных дибензофуранов
ГпХДФ – группа гептахлорированных дибензофуранов
ОХДФ – октахлорированный дибензофуран

Abbreviations used in the article:

TCDD – group of tetrachlorinated dibenzo-p-dioxins
PeCDD – group of pentachlorinated dibenzo-p-dioxins
HxCDD – group of hexachlorinated dibenzo-p-dioxins
HpCDD – group of heptachlorinated dibenzo-p-dioxins
OCDD – octachlorinated dibenzo-p-dioxin
TCDF – group of tetrachlorinated dibenzofurans
PeCDF – group of pentachlorinated dibenzofurans
HxCDF – group of hexachlorinated dibenzofurans
HpCDF – group of heptachlorinated dibenzofurans
OCDF – octachlorinated dibenzofuran

Введение

Определение содержания полихлорированных дибензо-п-диоксинов (ПХДД) и полихлорированных дибензофуранов (ПХДФ) в различных объектах окружающей среды и продуктах питания представляет несомненный научный и практический интерес. Начиная с середины XX в., когда диоксиновая проблема была осознана впервые, и до наших дней измерению содержания диоксинов в различных объектах уделяется значительное внимание [1–7].

ПХДД и ПХДФ никогда не были целевыми продуктами органического синтеза и образуются исключительно как примесные компоненты в различных технологических процессах (производство пестицидов, утилизация отходов – как химических, так и бытовых, отбеливание целлюлозы при производстве бумаги и т.д.). Вторичными источниками (хранилищами) ПХДД и ПХДФ являются объекты окружающей среды, в которых данные вещества уже присутствуют на протяжении десятков лет, например, древесина, пропитанная пен-

тахлорфенолом, трансформаторные масла, содержащие полихлорированные бифенилы (ПХБ), активные илы или компосты, захоронения отходов и мусорные свалки, а также загрязненные донные отложения. Такие хранилища потенциально могут повторно выносить ПХДД и ПХДФ в окружающую среду [8].

ПХДД и ПХДФ относятся к группе стойких органических загрязнителей (СОЗ) и попадают под действие Стокгольмской конвенции [9], устанавливающей приоритет применения к СОЗ глобальных экологических мер, поскольку данные экотоксиканты представляют угрозу для здоровья человека и биоты в целом.

Токсичными признаны 17 из 210 конгенов групп ПХДД и ПХДФ, имеющих атомы хлора в положениях 2, 3, 7, 8 в базовой молекуле (далее – диоксины), характеризующиеся уникальной биологической активностью и являющиеся причиной долговременного заражения биосферы. Попадая в живые организмы, диоксины способны аккумулироваться и модифицировать биохимические процессы, они обладают мощным мутагенным, иммунодепрессивным, канцерогенным и эмбриотоксическим эффектами, вызывают нарушение деятельности нервной, сердечно-сосудистой систем, желудочно-кишечного тракта и печени, что дало основание отнести их к 1 классу опасности [10]. Такие специфические свойства обуславливают оправданно низкие нормативы на содержание диоксинов в пищевых продуктах (см. табл. 1) как в России, так и в странах Европейского Союза (ЕС).

Из-за высокой опасности диоксинов и, соответственно, низких установленных нормативов (см. табл. 1) пределы их определения должны быть существенно ниже пределов, характерных для большинства других приоритетных экотоксикантов. Таким образом, вне

зависимости от объекта исследования измерение содержания диоксинов является сложной аналитической задачей, решение которой требует разработки и внедрения в аналитическую практику методов разделения и детектирования, обеспечивающих изомерспецифическое определение сверхмалых (пикограммовых) количеств диоксинов на фоне веществ, присутствующих в матрице в значительно более высоких концентрациях.

Общепринятые методики измерений содержания диоксинов включают извлечение аналитов из матрицы с использованием подходящей техники экстракции, многоступенчатую очистку экстракта на минеральных сорбентах, концентрирование экстракта и инструментальный анализ методом изотопного разбавления с применением газовой хроматографии-масс-спектрометрии низкого (ГХ–МСНР) или высокого разрешения (ГХ–МСВР) или tandemной масс-спектрометрии (ГХ–МС–МС). Эти алгоритмы положены в основу официальных методик измерений содержания диоксинов как в России, так и за рубежом: в США, Японии, Европейском союзе и т. д. Некоторые методики приведены в [13–19].

Использование данных инструментальных методов предполагает применение соответствующих СО с аттестованным (сертифицированным) содержанием аналитов для построения градуировочных характеристик, валидации, верификации методик измерений и контроля точности получаемых результатов. Важно отметить, что использование в работе средств измерений и валидации, обеспеченных метрологической прослеживаемостью к соответствующим единицам величин, гарантирует необходимую точность и достоверность получаемых результатов измерений, а также обеспечивает сопоставимость результатов измерений,

Таблица 1. Гигиенические требования к пищевой продукции [11, 12]

Table 1. Hygienic requirements for food foodstuffs [11, 12]

Пищевой продукт	Предельно допустимые концентрации, пг/г (в пересчете на жир)	
	Россия	ЕС
Консервы мясные (говядина, баранина и продукты из них)	3	2,5
Консервы мясные (свинина и продукты из нее)	1	1
Яйца куриные и продукты из них	3	2,5
Молоко и молочная продукция	3	2,5
Рыбный жир	2	1,75
Масло растительное (все виды) и их фракции	0,75	0,75

полученных в различных аналитических лабораториях, и признание результатов измерений на международном уровне (Соглашение CIPM MRA от 14.10.1999 [20]).

Основой обеспечения прослеживаемости в органическом анализе являются чистые органические вещества с аттестованной массовой долей основного компонента и соответствующей неопределенностью. Традиционный и международно-признанный косвенный метод определения чистоты органических соединений – метод массового баланса, предполагает измерение в чистом органическом веществе четырех вероятных групп примесей (родственные соединения, вода, летучие органические соединения и нелетучие вещества) и последующий расчет массовой доли основного компонента по формуле «100 % минус сумма примесей» [21, 22]. Таким образом, первым необходимым условием для формирования цепочки прослеживаемости является наличие чистого органического вещества в достаточном количестве для его полноценного исследования.

Как уже упоминалось ранее, диоксины не являются коммерческими продуктами. Чистые органические вещества диоксины синтезируются в ограниченном количестве несколькими зарубежными лабораториями исключительно для аналитических целей. На данный момент в качестве средств измерений содержания диоксинов для калибровки / градуировки средств измерений доступны сертифицированные (аттестованные) СО (Certified Reference Material – CRM) растворов, производимые европейским Институтом референтных материалов и измерений (Joint Research Centre – Institute for Reference Materials and Measurements – JRC–IRMM, Бельгия), а также отечественные СО состава растворов диоксинов, разработчиком и изготовителем которых является Федеральное государственное унитарное предприятие «Научно-технический центр радиационно-химической безопасности и гигиены Федерального медико-биологического агентства» (ФГУП НТЦ РХБГ ФМБА России). В табл. 2 представлены данные о средствах измерений содержания диоксинов.

Таблица 2. Средства измерений содержания диоксинов – растворы для калибровки/градуировки аналитического оборудования [23, 24]

Table 2. Means of measuring dioxin content – solutions for calibration of analytical equipment [23, 24]

Номер СО / CRM	Описание СО / SRM	Производитель
BCR-614	Polychlorodibenzo-p-dioxins and polychlorodibenzofurans (Nine solutions) Полихлорированные дибензо-п-диоксины и полихлорированные дибензофураны (Девять растворов)	JRC–IRMM
ГСО 10481–2014	СО состава раствора ПХДД / ПХДФ в нонане (ДФ-10)	ФГУП НТЦ РХБГ ФМБА России
ГСО 10480–2014	СО состава раствора изотопно-меченных ПХДД в нонане (ДФ-9)	ФГУП НТЦ РХБГ ФМБА России
ГСО 10479–2014	СО состава раствора изотопно-меченных ПХДД / ПХДФ в нонане (ДФ-8)	ФГУП НТЦ РХБГ ФМБА России
ГСО 10477–2014	СО состава раствора изотопно-меченных ПХДД / ПХДФ в нонане (ДФ-6)	ФГУП НТЦ РХБГ ФМБА России
ГСО 9634–2010	СО состава раствора ПХДД / ПХДФ в нонане (ДФ-5)	ФГУП НТЦ РХБГ ФМБА России
ГСО 9633–2010	СО состава раствора изотопно-меченных ПХДД в нонане (ДФ-4)	ФГУП НТЦ РХБГ ФМБА России
ГСО 9632–2010	СО состава раствора изотопно-меченных ПХДД / ПХДФ в нонане (ДФ-3)	ФГУП НТЦ РХБГ ФМБА России
ГСО 9630–2010	СО состава раствора изотопно-меченных ПХДД / ПХДФ в нонане (ДФ-1)	ФГУП НТЦ РХБГ ФМБА России

Из всех приведенных в табл. 2 СО / SRM только растворы BCR-614, произведенные JRC-IRMM, имеют метрологическую прослеживаемость (чистота индивидуальных чистых веществ определена методом массового баланса, структуры подтверждены методом ^1H -ЯМР).

Наряду с CRM и СО, перечисленными в табл. 2, коммерчески доступны непрослеживаемые стандартные растворы (Standard Solutions) диоксинов, производимые компаниями Wellington Laboratories Inc. (Канада) [25] и Cambridge Isotope Laboratories, Inc. (США) [26], которые использует большинство аналитических лабораторий во всем мире для рутинных измерений. Тем не менее важно понимать, что массовые концентрации диоксинов в данных растворах не являются аттестованными (сертифицированными) характеристиками и могут быть использованы только в качестве справочных значений.

Средства валидации и верификации методик измерений и контроля точности результатов измерений – матричные СО с аттестованным содержанием диоксинов – представлены на мировом рынке более широко и являются коммерческими продуктами JRC-IRMM и американского Национального Института Стандартов и Технологий (National Institute of Standards and Technology – NIST, США). В таблице 3 приведены сведения о матричных СО.

Из данных табл. 2 видно, что среди CRM и СО растворов для измерения содержания диоксинов только CRM BCR-614, производимый JRC-IRMM, обеспечен метрологической прослеживаемостью к соответствующим единицам величин. Данные, представленные в табл. 3, свидетельствуют о том, что в России до настоящего времени не существует СО в виде матриц с аттестованным содержанием диоксинов.

С учетом того, что диоксины в форме чистых веществ труднодоступны и крайне дороги, в рамках настоящей работы мы не ставили задачу аттестации диоксинов в качестве чистых веществ. Целью работы являлась разработка нового типа СО состава массовой доли диоксинов в животном жире, обеспеченного метрологической прослеживаемостью. В качестве эталона, обеспечивающего прослеживаемость к соответствующим единицам величин с учетом рода величины (массовая доля / концентрация ПХДД / ПХДФ) использовался сертифицированный (аттестованный) СО (CRM) BCR-614 [23], производимый JRC-IRMM. В качестве матрицы для разрабатываемого СО был выбран свиной жир, который может быть полноценной моделью жиросодержащих пищевых продуктов животного происхождения

Экспериментальная часть

Материал для СО был приготовлен в научно-исследовательском отделе государственных эталонов в области органического и неорганического анализа ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева». Для этого была использована мясокостная мука, загрязненная диоксинами естественным способом. Выделенная из мясокостной муки жировая фракция, содержащая диоксины, была добавлена в расплавленный свиной жир, полученная таким образом жидкая матрица была тщательно гомогенизирована и расфасована в герметичные стеклянные емкости (флаконы) по 5 г в каждую. Подготовку проб к инструментальному анализу осуществляли общепринятым способом, описанным в официальных методиках измерений [13, 28]. Для градуировки аналитического оборудования и в качестве изотопно-меченных аналогов использовали CRM BCR-614, произведенный JRC-IRMM.

Измерение массовой доли диоксинов проводили методом изотопного разбавления с использованием двух аналитических систем – ГХ–МСНР и ГХ–МС–МС. Отметим, что масс-спектрометрия с изотопным разбавлением признана первичным методом [29–32], что позволяет гарантировать наилучшие характеристики с точки зрения точности измерений.

Измерения методом ГХ–МСНР были проведены в режиме регистрации выбранных ионов (SIM), методом ГХ–МС–МС – в режиме мониторинга заданных реакций (MRM). Масс-спектрометрические условия выполнения измерений приведены в табл. 4. Параметры хроматографического разделения диоксинов приведены в табл. 5.

Результаты исследования и их обсуждение

Как отмечено выше, для приготовления материала СО была использована мясокостная мука, загрязненная диоксинами естественным способом, в результате чего конгенерный профиль диоксинов в материале СО является весьма специфичным – содержание конгенов группы ПХДФ находится в диапазоне от 1 до почти 1000 нг/кг, а содержание конгенов ПХДД варьируется внутри одного порядка и не превышает 4 нг/кг.

Исходя из специфики конгенерного профиля для установления аттестованных значений и исследования стабильности и однородности материала СО были выбраны конгенеры ПХДФ, присутствующие в материале СО в мажорных количествах: 2,3,7,8-ТетраХДФ, 2,3,4,7,8-ПентаХДФ, 1,2,3,4,7,8-ГексаХДФ, 1,2,3,6,7,8-ГексаХДФ, 2,3,4,6,7,8-ГексаХДФ, 1,2,3,4,6,7,8-ГептаХДФ, 1,2,3,4,7,8,9-ГептаХДФ. Для выполнения измерений применяли метод ГХ–МСНР.

Таблица 3. Матричные СО с аттестованным содержанием диоксинов [23, 27]

Table 3. Matrix CRMs with certified dioxin mass fraction [23, 27]

Номер CRM	Описание CRM	Производитель	Данные о прослеживаемости
BCR-490	Fly ash Зольная пыль	JRC-IRMM	BCR-614 (IRMM)
BCR-529	Industrial (sandy) soil Индустриальная почва (песчаная)	JRC-IRMM	BCR-614 (IRMM)
BCR-530	Industrial (clay) soil Индустриальная почва (глинистая)	JRC-IRMM	BCR-614 (IRMM)
BCR-607	Milk Powder Сухое молоко	JRC-IRMM	BCR-614 (IRMM)
BCR-615	Fly ash (low level) Зольная пыль (низкие концентрации)	JRC-IRMM	BCR-614 (IRMM)
BCR-677	Sewage sludge Осадки сточных вод	JRC-IRMM	BCR-614 (IRMM)
SRM 1944	New York/New Jersey Waterway Sediment Донные отложения водяных артерий Нью-Йорка/Нью-Джерси	NIST	Нет данных*
SRM 1953	Organic Contaminants in Non-Fortified Human Milk Органические загрязнители в человеческом молоке (естественные)	NIST	Нет данных*
SRM 1954	Organic Contaminants in Fortified Human Milk Органические загрязнители в человеческом молоке (искусственно добавленные)	NIST	Нет данных*
SRM 1957	Organic Contaminants in Non-Fortified Human Serum (Freeze-Dried) Органические загрязнители в лиофилизированной человеческой сыворотке крови (естественные)	NIST	Нет данных*
SRM 1958	Organic Contaminants in Fortified Human Serum (Freeze-Dried) Органические загрязнители в лиофилизированной человеческой сыворотке крови (искусственно добавленные)	NIST	Нет данных*
SRM 2786	Fine Atmospheric Particulate Matter (Mean Particle Diameter < 4 µm) Мелкие атмосферные частицы (средний диаметр частиц < 4 мкм)	NIST	Нет данных*
SRM 2787	Fine Atmospheric Particulate Matter (Mean Particle Diameter < 10 µm) Мелкие атмосферные частицы (средний диаметр частиц < 10 мкм)	NIST	Нет данных*

*Диоксины в данных материалах имеют «опорное» (референтное), а не аттестованное (сертифицированное) значение. Эти значения частично соответствуют критериям NIST для аттестации, поскольку при обработке данных могут учитываться не все источники неопределенности [27].

Таблица 4. Масс-спектрометрические условия измерений

Table 4. Operating conditions for mass-spectrometric measurement

Конгенеры	SIM		MRM		
	M1/M2, m/z	Природное соотношение (параметр идентификации)	Ион-прекурсор/Ион продукт, m/z	Ион-прекурсор/Ион продукт, m/z	Энергия в ячейке соударений, V
Группы аналитов					
ТХДД	320/322	0,77	320/257	322/259	24
ТХДФ	304/306	0,77	304/241	306/243	33
ПеХДД	356/358	1,32	356/293	354/291	25
ПеХДФ	340/342	1,32	340/277	338/275	35
ГкХДД	390/392	1,24	390/327	392/329	25
ГкХДФ	374/376	1,24	374/311	376/313	35
ГпХДД	424/426	1,05	424/361	426/363	25
ГпХДФ	408/410	1,05	410/347	408/345	36
ОХДД	458/460	0,89	458/395	460/397	26
ОХДФ	442/444	0,89	442/379	444/381	35
Группы изотопно-меченых аналогов					
¹³ C ₁₂ -ТХДД	332/334	0,77	332/268	334/270	24
¹³ C ₁₂ -ТХДФ	316/318	0,77	316/252	318/254	33
¹³ C ₁₂ -ПеХДД	368/370	1,32	366/302	368/304	25
¹³ C ₁₂ -ПеХДФ	352/354	1,32	352/288	350/286	35
¹³ C ₁₂ -ГкХДД	402/404	1,24	404/340	402/338	25
¹³ C ₁₂ -ГкХДФ	384/386	1,24	386/322	388/324	35
¹³ C ₁₂ -ГпХДД	436/438	1,05	438/374	436/371	25
¹³ C ₁₂ -ГпХДФ	418/420	1,05	420/356	422/358	36
¹³ C ₁₂ -ОХДД	470/472	0,89	470/406	472/408	26
¹³ C ₁₂ -ОХДФ	454/456	0,89	454/390	456/392	35

Расчет массовой доли каждого конгенера диоксинов проводили по уравнению:

$$w_{an_i} = \frac{A_{an_i} \times m_{IS_i}}{A_{IS_i} \times RF_i \times m_s}, \quad (1)$$

где w_{an_i} – массовая доля i -го аналита (конгенера) в аналитической навеске, нг / г;

A_{an_i} – площадь пика i -го конгенера, усл. ед.;

A_{IS_i} – площадь пика внутреннего стандарта i -го конгенера, усл. ед.;

m_{IS_i} – масса внутреннего стандарта i -го конгенера, добавленного перед подготовкой пробы к анализу, нг;

m_s – аналитическая навеска образца, г;

RF_i – фактор оклика i -го конгенера относительно внутреннего стандарта i -го конгенера.

Таблица 5. Условия хроматографического разделения диоксинов
Table 5. Operating conditions for chromatographic separation of dioxins

Параметр	Характеристика
колонка	Rtx-Dioxin2, 60м×250мкм×0.25мкм
газ-носитель	гелий
скорость газа-носителя, мл / мин.	1
объем вводимой пробы, мкл	1
испаритель, режим работы	без деления потока (split less)
температура испарителя, °C	280
начальная температура термостата, °C	120
выдержка при начальной температуре, мин	0
скорость нагрева, °C/мин	20
промежуточная температура термостата, °C	200
выдержка при промежуточной температуре, мин	1
скорость нагрева, °C/мин	2
конечная температура термостата, °C	290
выдержка при конечной температуре, мин	40
метод ионизации	электронная ионизация (EI)

$$RF_i = \frac{A_{an_i} \times m_{IS_i}}{A_{IS_i} \times m_{an_i}}, \quad (2)$$

где A_{an_i} – площадь пика i -го конгенера в градуировочном растворе, усл. ед.;

A_{IS_i} – площадь пика внутреннего стандарта i -го конгенера в градуировочном растворе, усл. ед.;

m_{an_i} – масса i -го конгенера в градуировочном растворе, нг;

m_{IS_i} – масса внутреннего стандарта i -го конгенера в градуировочном растворе, нг.

Вычисление относительной суммарной стандартной неопределенности для каждого конгенера выполняли по формуле:

$$\frac{u_w}{w} = \sqrt{\left(\frac{u_{m_{IS}}}{m_{IS}}\right)^2 + \left(\frac{u_{m_s}}{m_s}\right)^2 + \left(\frac{u_{RF}}{RF}\right)^2 + \left(\frac{u_{w_{av}}}{w_{av}}\right)^2}, \quad (3)$$

где $\frac{u_{m_{IS}}}{m_{IS}}$ – относительная стандартная неопределенность массы внутреннего стандарта;

$\frac{u_{m_s}}{m_s}$ – относительная стандартная неопределенность навески образца;

$\frac{u_{RF}}{RF}$ – относительная стандартная неопределенность определения фактора отклика;

$\frac{u_{w_{av}}}{w_{av}}$ – относительная стандартная неопределенность среднего значения (СКО результатов измерений).

Наибольший вклад в суммарную стандартную неопределенность вносит неопределенность среднего значения

массовой доли ($\frac{u_{w_{av}}}{w_{av}}$) для нижнего диапазона значений и неопределенность определения фактора

отклика ($\frac{u_{RF}}{RF}$) для остального диапазона значений.

Относительная суммарная стандартная неопределенность, рассчитанная для каждого конгенера индивиду-

ально, составляет от 10 % до 20 % для всего диапазона измерений.

Для определения вклада неопределенности от неоднородности материала СО (u_h) в суммарную неопределенность из всей партии кандидата в СО были случайным образом выбраны 10 из 300 флаконов. Из каждого флакона отбирали две навески по 2 г каждая и выполняли по три параллельных инструментальных измерения. Полученные данные были обработаны с помощью однофакторного дисперсионного анализа ANOVA с учетом положений [33, 34]. Пример набора данных для исследования однородности материала СО представлен в табл. 6, результаты анализа данных представлены в табл. 7.

За относительную стандартную неопределенность от неоднородности (u_h материала СО приняли наихудшее из полученных значений, которое составило 0,36 %. Таким образом, вклад от неоднородности материала является незначимым, материал СО признан однородным.

Определение срока годности СО и оценивание неопределенности от долговременной нестабильности (u_{stab}) материала СО диоксинов в жировой матрице проводили для каждого выбранного конгенера классическим методом исследования стабильности по алгоритму [33], остаточный срок годности устанавливали изохронным методом. Пример результата измерений массовой доли 2, 3, 4, 6, 7, 8-ГХДФ в рамках исследова-

ования долговременной стабильности представлен в виде диаграммы на рис. 1.

На основе полученных экспериментальных данных было установлено, что наибольший вклад от нестабильности (u_{stab}) составляет 1,8 % и является незначимым. Таким образом, СО были признаны стабильными в условиях хранения – в защищенном от света месте при температуре окружающей среды (20 ± 5) °С и отсутствии воздействия агрессивных сред. Срок годности СО – 10 лет.

В качестве аттестованных характеристик СО были установлены значения массовых долей семи конгенов группы ПХДФ. В качестве справочных (референтных) характеристик приведены значения массовых долей конгенов группы ПХДД и значение суммарной токсичности пробы в пересчете на международные токсические эквиваленты (ТЭ). Характеристики СО состава массовой доли диоксинов в животном жире приведены в табл. 8.

Опытная партия СО состава диоксинов в животном жире была использована в качестве объекта исследования при проведении межлабораторных сравнительных испытаний (МСИ), в которых приняли участие ведущие российские и зарубежные лаборатории (ФГБУ НПО «Тайфун», ФГУП НТЦ РХБГ ФМБА России, ФГБУН «Институт проблем экологии и эволюции им. А. Н. Северцова РАН», ФГБОУ ВО «Кубанский

Таблица 6. Результаты определения массовой доли 1, 2, 3, 4, 6, 7, 8-ГпХДФ в рамках исследования однородности СО

Table 6. Results of determining the mass fraction of 1,2,3,4,6,7,8-HpCDF as part of the CRM homogeneity study

№	Массовая доля, %					
	1	2	3	4	5	6
1	47,0	46,8	50,5	50,1	47,7	50,4
2	49,0	47,7	46,5	50,1	49,4	47,9
3	50,3	49,8	46,5	47,9	48,6	48,9
4	46,4	47,6	46,0	46,7	46,6	49,8
5	48,1	47,4	48,9	49,3	50,0	47,4
6	48,9	47,5	47,8	47,5	47,7	50,8
7	48,3	47,8	48,2	48,9	47,9	47,1
8	49,3	50,1	46,0	48,7	47,6	46,5
9	48,3	49,8	48,0	49,3	51,0	50,9
10	46,6	46,0	48,3	47,3	46,0	47,6

Таблица 7. Анализ данных, полученных в рамках исследования однородности СО (для 1, 2, 3, 4, 6, 7, 8-ГпХДФ)

Table 7. Analysis of the data obtained in the study of the CRM homogeneity (for 1,2,3,4,6,7,8-HpCDF)

ANOVA										
№	Счет	Сумма	Среднее	Разброс	Медиана	Ассим		S2	SD	RSD
1	6	292,5100	48,7517	3,7500	48,8950	-0,085		1,4E-04	1,2E-02	8,4
2	6	290,6800	48,4467	3,6100	48,4500	-0,224		3,4E-04	1,8E-02	12,9
3	6	292,0800	48,6800	3,7700	48,7400	-0,539		5,7E-04	2,4E-02	16,7
4	6	283,0200	47,1700	3,7300	46,6400	1,786		4,0E-04	2,0E-02	14,8
5	6	291,1000	48,5167	2,6200	48,5100	0,233		5,7E-04	2,4E-02	14,7
6	6	290,1100	48,3517	3,3500	47,7350	1,693		9,7E-04	3,1E-02	18,2
7	6	288,2600	48,0433	1,8000	48,0750	-0,273		1,1E-03	3,4E-02	21,2
8	6	288,0500	48,0083	4,1300	48,1400	-0,088		4,5E-04	2,1E-02	12,1
9	6	297,2800	49,5467	3,0100	49,5750	-0,074		7,3E-05	8,5E-03	5,8
10	6	281,7100	46,9517	2,3300	46,9350	0,297		2,1E-04	1,5E-02	10,0
Дисперсионный анализ										
Источник вариации				SS	df	MS	F	P-знач.	F кр.	
Между группами (SS_h)				31,15	9	3,46	2,05	0,053	2,07	
Внутри групп (SS_e)				84,51	50	1,69				
$F < F_{кр.}$ стандартное отклонение неоднородности не значимо										
Итого				115,66	59					

ГАУ имени И. Т. Трубилина» и Federal office of Consumer Protection and Food Safety (BVL) – Германия). Результаты, полученные участниками МСИ, приведены на рис. 2.

Обобщенные результаты МСИ были представлены на III Всероссийской конференции «Аналитическая хроматография и капиллярный электрофорез» [35].

Как видно из представленных на рис. 2 данных, основная часть результатов находится внутри погрешности измерений большинства хроматографических методик – до 40 %. Таким образом, результаты измерений участников МСИ могут быть признаны удовлетворительными.



Рис. 1. Диаграмма данных, полученных в рамках исследовании долговременной стабильности СО (для 2, 3, 4, 6, 7, 8-ГкХДФ). Измерения проводились ежеквартально, начиная со II квартала 2013 г. (Испытание № 1 – II квартал 2013 г.)

Fig. 1. Diagram of data obtained as part of CRM long-term stability study (for 2,3,4,6,7,8-HxCDF). The measurements were performed on a quarterly basis, starting from the second quarter of 2013 (Test No. 1 – the second quarter of 2013)

Таблица 8. Характеристики СО состава массовой доли диоксинов в животном жире
Table 8. Characteristics of the CRM for the mass fraction of dioxins in animal fat

Конгенер	Массовая доля, нг/кг	Расширенная неопределенность (при k=2), нг/кг
Аттестованные значения		
2, 3, 7, 8-ТетраХДФ	1,18	0,24
2, 3, 4, 7, 8-ПентаХДФ	823	76
1, 2, 3, 4, 7, 8-ГексаХДФ	215	20
1, 2, 3, 6, 7, 8-ГексаХДФ	116	13
2, 3, 4, 6, 7, 8-ГексаХДФ	115	14
1, 2, 3, 4, 6, 7, 8-ГептаХДФ	47,0	4,6
1, 2, 3, 4, 7, 8, 9-ГептаХДФ	9,27	1,06
Справочные (референтные) значения		
2, 3, 7, 8-ТетраХДД	0,22	
1, 2, 3, 7, 8-ПентаХДД	0,91	
1, 2, 3, 4, 7, 8-ГексаХДД	1,4	
1, 2, 3, 6, 7, 8-ГексаХДД	0,67	
1, 2, 3, 7, 8, 9-ГексаХДД	0,47	
1, 2, 3, 4, 6, 7, 8-ГептаХДД	2,1	
ОХДД	3,7	
ОХДФ	2,7	
Суммарная токсичность (TEQ-WHO98)	458	

В целом результаты МСИ показывают, что среднее арифметическое значение и медиана результатов измерений участников МСИ хорошо согласуются с аттестованными значениями диоксинов в СО.

В рамках дополнительных исследований было проведено определение массовой доли ПХДД, содержание которых в материале СО не превышало 4 нг/г. Измерения были выполнены методом ГХ–МС–МС, характеризующимся более высокой (по сравнению с ГХ–МСНР) масс-спектрометрической селективностью и лучшими предельными характеристиками (предел детектирования и предел определения аналитов). Полученные результаты измерений будут приведены в качестве дополнительных сведений о СО.

Примеры масс-фрагментограмм пробы материала СО, полученных с помощью ГХ–МСНР и ГХ–МС–МС, представлены на рис. 3.

Заключение

Выполнено приготовление и проведен полный комплекс исследований материала СО массовой доли диоксинов (ПХДФ) в животном жире с целью утверждения типа. Отработана методология и алгоритм аттестации СО матриц.

Разработанный СО предназначен для аттестации, валидации и верификации методик измерений и контроля качества результатов измерений диоксинов в жировых матрицах.

Испытания и утверждение СО состава массовой доли диоксинов в животном жире в качестве СО утвержденного типа и внесение информации о нем в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений (ФИФОЕИ) запланировано на 2019 г. После этого данный СО будет коммерчески доступен для российских и зарубежных пользователей.

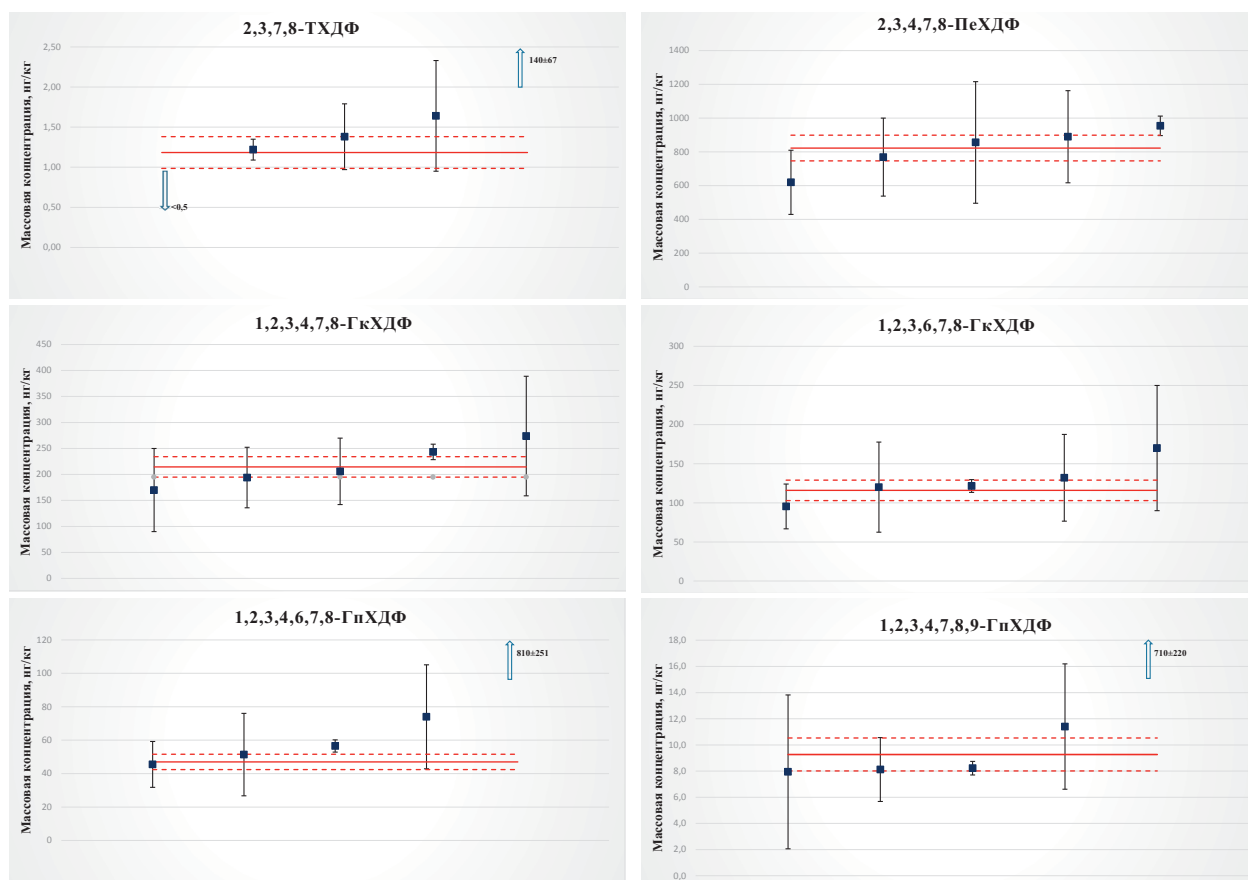


Рис. 2. Результаты измерений массовой доли конгенов диоксинов участниками МСИ. Результаты приведены в порядке возрастания значений массовых долей. (Сплошная красная линия – аттестованное значение, пунктирные красные линии – диапазон значений $\pm$ расширенная неопределенность. Стрелка и числовое значение – участник предоставил результат, который сильно отличается от аттестованного значения конгенера)

Fig. 2. Results of measuring the mass fraction of the dioxin congeners by participants of the interlaboratory comparisons. The results are shown in the ascending order of mass fraction values. (The solid red line depicts the certified value; dotted red line is the range of values $\pm$ expanded uncertainty. The arrow and the numerical value denote the result that is significantly different from the certified value of the congener)

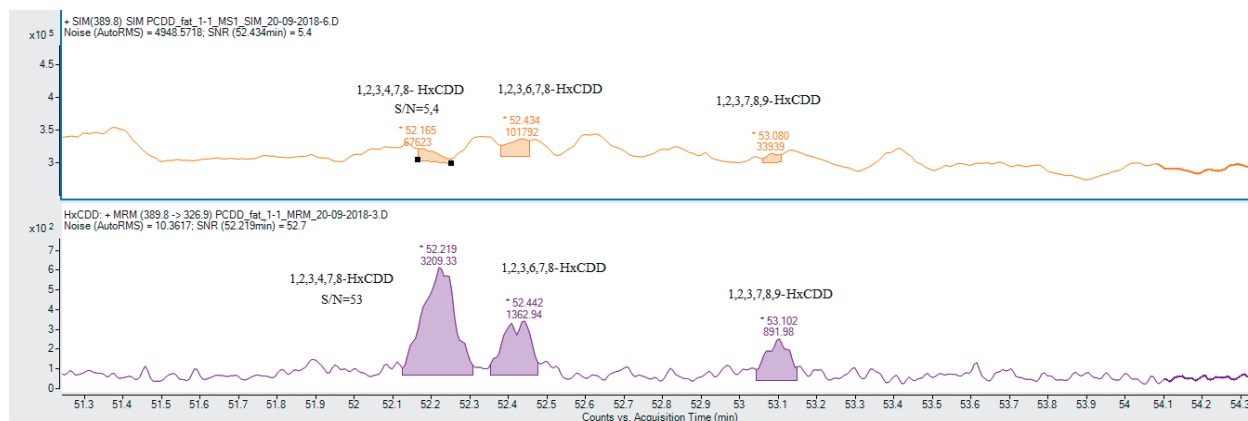


Рис. 3. Масс-фрагментограммы пробы СО, реконструированные по ионам, характеристичным для ГексаХДД, в режиме SIM m/z 390 (вверху) и в режиме MRM m/z 390/327 (внизу): 52,219 мин.– 1, 2, 3, 4, 7, 8-ГексаХДД; 52,442 мин.– 1, 2, 3, 6, 7, 8-ГексаХДД, 53,102 мин.– 1, 2, 3, 7, 8, 9-ГексаХДД.

Fig. 3. Mass fragmentograms of a CRM sample, reconstructed by ions characteristic of HxCDD, in SIM m/z 390 mode (top) and in MRM m/z 390/327 mode (bottom): 52.219 min – 1,2,3,4,7,8 – HxCDD; 52.442 min – 1,2,3,6,7,8-HxCDD; 53.102min – 1,2,3,7,8,9-HxCDD

Благодарность

Авторы выражают глубокую благодарность сотрудникам ФГБУ НПО «Тайфун», ФГУП НТЦ РХБГ ФМБА России, ФГБУН «Институт проблем экологии и эволюции им. А. Н. Северцова РАН», ФГБОУ ВО «Кубанский ГАУ имени И. Т. Трубилина» и сотрудникам Federal office of Consumer Protection and Food Safety (BVL) – Германия, принявшим участие в межлабораторных сравнительных испытаниях.

Вклад соавторов

Будко А. Г.: подготовка СО, получение и анализ экспериментальных данных, сбор литературных данных,

подготовка первоначального варианта статьи, перевод на английский язык.

Михеева А. Ю.: сбор литературных данных, редакция текста статьи.

Крылов А. И.: критический анализ и доработка текста.

Все авторы прочитали и одобрили окончательный вариант рукописи.

ЛИТЕРАТУРА

1. The effects of herbicides in South Vietnam. Part A. Summary and conclusion. Washington: National Academy of Sciences, 1974.
2. Ambient water quality criteria 2, 3, 7, 8-tetrachlorodibenzo-p-dioxin: Report EPA-400/5–84/007. Washington: Office of water regulations and standards, 1984.
3. Высочин В. И. Диоксин и родственные соединения: Аналитический обзор. Новосибирск: ГПНТБ СО АН СССР, 1989. 153 с.
4. Gough M. Dioxin, Agent Orange: the facts. N.Y.: Plenum press, 1986. 289 p.
5. Федоров Л. А. Диоксины как экологическая опасность: ретроспектива и перспективы. М.: ВО «Наука», 1993. 266 с.
6. Майстренко В. Н., Ключев Н. А. Эколого-аналитический мониторинг стойких органических загрязнителей. М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2004. 323 с.
7. Другов Ю. С., Родин А. А. Газохроматографический анализ загрязненного воздуха: Практическое руководство. 4-е изд., перераб. и дополн. М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2006. 528 с.
8. Реестры диоксинов и фуранов. Национальные и региональные выбросы ПХДД/ПХДФ. Программа ООН по окружающей среде. Женева, 1999. 143 с.
9. Стокгольмская конвенция о стойких органических загрязнителях. Стокгольм. – 2001. 44 с. Организация объединенных наций [сайт] URL: www.un.org/ru/documents/decl_conv/conventions/pdf/pollutants.pdf
10. Поздняков С. П., Румак В. С., Софронов Г. А., Уманова Н. В. Диоксины и здоровье человека. СПб.: Наука, 2006. 273 с.

REFERENCES

1. The effects of herbicides in South Vietnam. Part A. Summary and conclusion. Washington, National Academy of Sciences, 1974.
2. Ambient water quality criteria 2, 3, 7, 8-tetrachlorodibenzo-p-dioxin: Report EPA-400/5–84/007. Washington, Office of water regulations and standards, 1984.
3. Vysochin V. I. Dioxin and related compounds: Analytical review. Novosibirsk, GPNTB SO AN SSSR, 1989, 153 p. (In Russ.)
4. Gough M. Dioxin, agent orange: the facts. N.Y., Plenum press, 1986. 289 p.
5. Fedorov L. A. Dioxins as an environmental hazard: a retrospective and prospects. Moscow, Nauka, 1993, 266 p. (In Russ.)
6. Maistrenko V. N., Klyuev N. A. Ecological and analytical monitoring of persistent organic pollutants. Moscow, BINOM. Laboratoriya znanii, 2004, 323 p. (In Russ.)
7. Drugov Yu. S., Rodin A. A. Gas chromatographic analysis of polluted air: A practical guide. (4th eds). Moscow, BINOM. Laboratoriya znanii, 2006, 528 p. (In Russ.)
8. Registries of dioxins and furans. National and regional PCDD/PCDF emissions. United Nations Environment Program, Geneva, 1999. 143 p.
9. Stockholm convention on persistent organic pollutants. Stockholm, 2001.
10. Pozdnyakov S. P., Rumak V. S., Sofronov G. A., Umanova N. V. Dioxins and human health. Saint Petersburg, Nauka, 2006. 273 p. (In Russ.)

11. ТР ТС 021/2011 О безопасности пищевой продукции: Технический регламент Таможенного союза от 9 декабря 2011 г. № 880: Евразийский экономический союз [сайт]. URL: https://docs.eaeunion.org/pd/ru-ru/0102880/pd_16052018
12. Commission Regulation (EC) № 1881/2006 Setting maximum levels for certain contaminants in foodstuffs. Official Journal of the European Union, 2006, Vol. 49, № 364.
13. ГОСТ 31792–2012 Рыба, морские беспозвоночные и продукты их переработки. Определение содержания диоксинов и диоксинподобных полихлорированных бифенилов хромато-масс-спектральным методом М. Стандартиформ, 2014. 36 с.
14. ПНД Ф 13.2:3.64–08 Методика измерений массовой концентрации полихлорированных дибензо-п-диоксинов и дибензофуранов в атмосферном воздухе рабочей зоны методом хромато-масс-спектрометрии, Москва, 2014. 33 с.
15. Method 1613 Rev. B, Tetra- through octa-chlorinated dioxins and furans by isotope dilution HRGC/HRMS, U. S. Environmental Protection Agency office of water engineering and analysis division, Washington, Oct. 1994. 89 p.
16. ISO 18073:2004 Water quality–Determination of tetra- to octa-chlorinated dioxins and furans–Method using isotope dilution HRGC/HRMS, International Organization for Standardization, ISO, 2013.
17. EN 1948–2 Stationary source emissions–Determination of the mass concentration of PCDDs/PCDFs and dioxin-like PCBs–Part 2: Extraction and clean-up of PCDDs/PCDFs, 2006. 36 p.
18. EN 1948–3 Stationary source emissions–Determination of the mass concentration of PCDDs/PCDFs and dioxin-like PCBs–Part 3: Identification and quantification of PCDDs/PCDFs, 2006, 48 p.
19. JIS K 0311–1999 Method for determination of tetra-through octa-chlorodibenzo-p-dioxins, tetra- through octa-chlorodibenzofurans and coplanar polychlorobiphenyls in stationary source emissions, Japanese Standards Association, 1999.
20. Соглашение CIPM MRA от 14.10.1999 г. Взаимное признание национальных измерительных эталонов и сертификатов калибровки и измерений, издаваемых национальными метрологическими институтами // РОССТАНДАРТ Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/7>
21. РМГ 552003 ГСИ. Стандартные образцы состава чистых органических веществ. Методы аттестации. Основные положения. М.: Издательство стандартов, 2004, 12 с.
11. TR CU 021/2011 Technical Regulations of the Customs Union «On food safety» (2018). Available via Eurasian Economic Union. https://docs.eaeunion.org/pd/ru-ru/0102880/pd_16052018. Accessed 20 Sept 2018.
12. Commission Regulation (EC) No 1881/2006 Setting maximum levels for certain contaminants in foodstuffs. Official Journal of the European Union 2006;49(L 364).
13. GOST 31792–2012 Fish, marine invertebrates and products of their processing. Determination of dioxins and dioxin-like biphenyls content by GC–MS method. Standartinform, Moscow, 2014. (In Russ.)
14. PND F 13.2: 3.64 – 08 Methods of measuring the mass concentration of polychlorinated dibenzo-n-dioxins and dibenzofurans in the atmospheric air of the working area using chromatography and mass spectrometry. Moscow, 2014. (In Russ.)
15. Method 1613 Rev. B, Tetra- through octa-chlorinated dioxins and furans by isotope dilution HRGC/HRMS, U. S. Environmental protection agency office of water engineering and analysis division, Washington, Oct. 1994. 89 p.
16. ISO 18073:2004 Water quality–Determination of tetra- to octa-chlorinated dioxins and furans–Method using isotope dilution HRGC/HRMS. ISO, 2013.
17. EN 1948–2 Stationary source emissions Determination of the mass concentration of PCDDs/PCDFs and dioxin-like PCBs–Part 2: Extraction and clean-up of PCDDs/PCDFs, 2006.
18. EN 1948–3 Stationary source emissions–Determination of the mass concentration of PCDDs/PCDFs and dioxin-like PCBs–Part 3: Identification and quantification of PCDDs/PCDFs, 2006.
19. JIS K 0311–1999 Method for determination of tetra-through octa-chlorodibenzo-p-dioxins, tetra- through octa-chlorodibenzofurans and coplanar polychlorobiphenyls in stationary source emissions, Japanese Standards Association, 1999.
20. Mutual recognition of national measurement standards and calibration and measurement certificates issued by national metrological institutes. CIPM MRA Agreement of 14.10.1999. Available via ROSSTANDART Federal Information Fund for ensuring the uniformity of measurements. <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/7>. Accessed 20 Sept 2018. (In Russ.)
21. RMG 55–2003 State system for ensuring the uniformity of measurements. Reference materials for composition of pure organic substances. Methods of certification. Principles basic. Publishing House of Standards, Moscow, 2004, 12 p. (In Russ.)

22. Duewer D. L., Parris R. M., White E., May W. E. An approach to the metrologically sound traceable assessment of the chemical purity of organic reference materials. Special Publication (NIST SP), 2004.
23. Joint Research Centre – Institute for Reference Materials and Measurements (JRC–IRMM) [сайт]. URL: <https://ec.europa.eu/jrc/en/reference-materials/catalogue>
24. Утвержденные типы стандартных образцов // РОССТАНДАРТ Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19>
25. Каталог продукции фирмы Wellington Laboratories Inc. 2016–2018 [сайт]. URL: <https://well-labs.com/products/catalogue>
26. Каталог продукции фирмы Cambridge Isotope Laboratories, Inc. 2018 [сайт]. URL: <http://shop.isotope.com/category.aspx?id=10032753>
27. The National Institute of Standards and Technology (NIST) [сайт]. URL: <https://www.nist.gov/srm>
28. МУК-99 Методические указания по идентификации и изомерспецифическому определению полихлорированных дибензо-п-диоксинов и дибензофуранов в мясе, птице, рыбе, продуктах и субпродуктах из них, а также в других жиросодержащих продуктах и кормах методом хромато-масс-спектрометрии, Москва, 1999, 16с.
29. P. De Bièvre Isotope dilution mass spectrometry as a primary method of analysis, Analytical Proceedings, 1993, Issue 12
30. Milton M. J. T., Quinn T. J., Metrologia, 2001, Vol. 38. P. 289. doi.org/10.1088/0026–1394/38/4/1
31. ILAC-G12:2000, Guidelines for the Requirements for the Competence of Reference Material Producers.
32. Kaarls R. The consultative committee for metrology in chemistry and biology – CCQM. J. Chem. Metrol. 2018. Vol.12. № 4. 1–16. doi:10.25135/jcm.11.17.12.060
33. ГОСТ ISO Guide 35–2015 Стандартные образцы – Общие и статистические принципы сертификации (аттестации). М.: Стандартиформ, 2016, 61 с.
34. РМГ 93–2015 ГСИ. Оценивание метрологических характеристик стандартных образцов. М.: Стандартиформ, 2016, 32 с.
22. Duewer D. L., Parris R. M., White E., May W. E., Elbaum H. An approach to the metrologically sound traceable assessment of the chemical purity of organic reference materials. Special Publication NIST SP, 2004
23. Certified Reference Materials catalogue (2018). Available via Joint Research Centre – Institute for Reference Materials and Measurements (JRC–IRMM). <https://ec.europa.eu/jrc/en/reference-materials/catalogue>.
24. Approved types of reference materials RF (2018). Available via ROSSTANDART Federal Information Fund for ensuring the uniformity of measurements, Moscow. <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19>. Accessed 20 Sept 2018.
25. Wellington laboratories current catalogue inc 2016–2018 (2018). Available via Wellington laboratories, Canada. <https://well-labs.com/products/catalogue>. Accessed 20 Sept 2018.
26. Dioxin and furan method standards, standard mixtures, and reference materials (2018)/ Available via Cambridge Isotope Laboratories, US. <http://shop.isotope.com/category.aspx?id=10032753>. Accessed 20 Sept 2018
27. Standard reference materials (2018)/ Available via National Institute of Standards and Technology, US. <https://www.nist.gov/srm>
28. MUK-99 Guidelines for the identification and isomer-specific determination of polychlorinated dibenzo-p-dioxins and dibenzofurans in meat, poultry, fish, products and by-products from them, as well as in other fat-containing products and feed by chromatography mass spectrometry. Moscow, 1999. (In Russ.)
29. De Bièvre P. Isotope dilution mass spectrometry as a primary method of analysis. Analytical Proceedings. 1993. doi:10.1039/ap9933000328.
30. Milton M. J. T., Quinn T. J. Metrologia 2001;(38):289–296. doi.org/10.1088/0026–1394/38/4/1
31. ILAC-G12:2000 Guidelines for the Requirements for the Competence of Reference Material Producers.
32. Kaarls R. The consultative committee for metrology in chemistry and biology – CCQM, J. Chem. Metrol. 2018;12(4):1–16. doi:10.25135/jcm.11.17.12.060
33. GOST ISO Guide 35–2015 Reference materials – General and statistical principles of certification. Standartinform, Moscow, 2016. (In Russ.)
34. RMG 93–2015 GSI Evaluation of the metrological characteristics of certified reference materials. Standartinform, Moscow, 2016. (In Russ.)

35. Будко А. Г., Михеева А. Ю., Крылов А. И. О точности и достоверности результатов измерений полихлорированных дibenzo-(p)-диоксинов и дibenзофуранов. Результаты межлабораторных сравнительных испытаний. Материалы III Всероссийской конференции «Аналитическая хроматография и капиллярный электрофорез», Краснодар, 2017. С. 183.

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Будко Александра Германовна – научный сотрудник ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева». Россия, г. Санкт-Петербург, Московский проспект, д. 19.
e-mail: aa@b10.vniim.ru
ORCID 0000-0002-4288-2916
ResearcherID O-8550-2018

Михеева Алена Юрьевна – канд. хим. н., ведущий научный сотрудник ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева». Россия, г. Санкт-Петербург, Московский проспект, д. 19
e-mail: may@b10.vniim.ru
ResearcherID B-6506-2019

Крылов Анатолий Иванович – д. хим. н., руководитель отдела госэталонов в области органического и неорганического анализа ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева». Россия, г. Санкт-Петербург, Московский проспект, д. 19.
e-mail: akrylov@b10.vniim.ru

35. Budko A. G., Mikheeva A. Yu., Krylov A. I. On the accuracy and reliability of the results of measurement of polychlorinated dibenzo- (p) -dioxins and dibenzofurans. The results of interlaboratory comparisons. In: Materials of the III All-Russian Conference «Analytical Chromatography and Capillary Electrophoresis», Kuban State University, Krasnodar, 21–27 May 2017.

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Alexandra G. Budko – researcher, D. I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM).
19 Moskovsky ave., St. Petersburg, 190005 Russia.
e-mail: aa@b10.vniim.ru
ORCID 0000-0002-4288-2916
ResearcherID O-8550-2018

Alena Y. Mikheeva – Ph. D. (Chem.), leading researcher, Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM).
19 Moskovsky ave., St. Petersburg 190005 Russia
e-mail: may@b10.vniim.ru
ResearcherID B-6506-2019

Anatoliy I. Krylov – Dr. Sci. (Chem.), Head of the Department for State Measurement Standards in the field of organic and inorganic analysis.
19 Moskovsky ave., St. Petersburg, 190005 Russia.
e-mail: akrylov@b10.vniim.ru

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ В ОЦЕНКЕ СПЕЦИФИЧЕСКОЙ БЕЗОПАСНОСТИ ПРЕПАРАТОВ ИММУНОГЛОБУЛИНОВ И АЛЬБУМИНА ЧЕЛОВЕКА: ОСОБЕННОСТИ РАЗРАБОТКИ, АТТЕСТАЦИИ И ПРИМЕНЕНИЯ*

© О. Г. Корнилова, М. А. Кривых, Р. А. Волкова, И. В. Борисевич

Научный центр экспертизы средств медицинского применения Министерства здравоохранения Российской Федерации (ФГБУ «НЦЭСМП» Минздрава России), Москва, Российская Федерация
E-mail: Kornilova@expmed.ru, ORCID: 0000-0003-1439-2052

Поступила в редакцию – 15 августа 2018 г., после доработки – 10 сентября 2018 г.

Принята к публикации – 10 сентября 2018 г.

Введение. Проблема безопасного применения препаратов иммуноглобулинов и альбумина человека обусловлена их возможным влиянием на системы комплемента, калликреин-кининовую, систему гемостаза пациента. Остаточное содержание гемагглютининов, анти-D антител, активатора прекалликреина, уровень антикомплемментарной активности, обуславливающих нежелательные явления при применении этих препаратов, регламентируется и контролируется как на этапах производства, так и в ходе испытаний по подтверждению соответствия требованиям нормативной документации. Методы их количественной оценки основаны на эффектах гемолиза или агглютинации эритроцитов, на амидолитических свойствах продуктов каскадных реакций и сопряжены с использованием реагентов биологического происхождения, что предопределяет обязательное использование стандартных образцов. Разработка стандартных образцов, являющихся носителем количественной характеристики примесей препаратов иммуноглобулинов и альбумина человека, сопряжена со сложностями подбора кандидата, обоснованием методики аттестации и установлением соответствующих характеристик, а также обуславливает особенности применения.

Материалы и методы. В работе использованы растворы иммуноглобулинов человека с нормируемым содержанием гемагглютининов, анти-D антител или антикомплемментарной активностью в различном диапазоне, качество которых было изучено с использованием методов гемагглютинации, реакции связывания комплемента, хромогенным методом; методические подходы к разработке и аттестации стандартных образцов обосновывали с использованием методов системного анализа и документальной экспертизы.

Результаты исследования. Показана необходимость использования стандартных образцов для оценки стабильности аналитической работы при применении методик определения антикомплемментарной активности, содержания гемагглютининов или анти-D антител. Установлено, что стандартные образцы, являясь средством передачи единицы величины в совокупности с методикой испытаний, также позволяют установить количественное содержание гемагглютининов, анти-D антител, активатора прекалликреина. Обоснована необходимость максимального приближения значения аттестуемых характеристик стандартного образца к качественному составу этих примесей в анализируемых препаратах, но в количествах, не выявляемых (для изготовления отрицательных компонентов стандартных образцов) или превышающих предельно допустимые (для изготовления положительных компонентов стандартных образцов).

Ссылка при цитировании:

Корнилова О. Г., Кривых М. А., Волкова Р. А., Борисевич И. В. Стандартные образцы в оценке специфической безопасности препаратов иммуноглобулинов и альбумина человека: особенности разработки, аттестации и применении // Стандартные образцы. 2018. № 3–4. С. 33–41. DOI 10.20915/2077-1177-2018-14-3-4-33-41.

For citation: Kornilova O. G., Krivikh M. A., Volkova R. A., Borisevich I. V. Reference materials used for specific safety evaluation of human immunoglobulin and human albumin products: features of development, certification and application. Reference materials. 2018; 14(3–4) 33–41. DOI 10.20915/2077-1177-2018-14-3-4-33-41 (In Russ.).

* Материалы данной статьи переведены на английский язык и опубликованы в сборнике «Reference Materials in Measurement and Technology», издательство Springer.

Обсуждение и заключение. Обоснованные методические подходы позволили разработать и аттестовать соответствующие отраслевые стандартные образцы, используемые при изучении специфической безопасности препаратов иммуноглобулинов и альбумина человека.

Ключевые слова: экспертиза качества, препараты иммуноглобулинов человека, препараты альбумина человека, специфическая безопасность, антикомплементарная активность, анти-А и анти-В гемагглютинины, анти-D антитела, активатор прекалликреина, стандартные образцы, методы гемагглютинации, реакция связывания комплемента, хромогенный метод

DOI: 10.20915/2077-1177-2018-13-3-4-33-41

REFERENCE MATERIALS USED FOR SPECIFIC SAFETY EVALUATION OF HUMAN IMMUNOGLOBULIN AND HUMAN ALBUMIN PRODUCTS: FEATURES OF DEVELOPMENT, CERTIFICATION, AND APPLICATION

© Olga G. Kornilova, Maxim A. Krivvykh, Rauza A. Volkova, Igor B. Borisevich

Federal State Budgetary Institution «Scientific Centre for Expert Evaluation of Medicinal Products» of the Ministry of Health of the Russian Federation, Moscow, Russian Federation
E-mail: Kornilova@expmed.ru, ORCID: 0000-0003-1439-2052

Received – 15 August 2018. Revised – 10 September 2018.

Accepted for publication – 10 September 2018.

Human immunoglobulin and human albumin products can negatively affect patients' health. The residual content of haemagglutinins, anti-D antibodies, prekallikrein activator, as well as the level of anticomplementary activity, are controlled during both production and testing for compliance with normative documentation. Methods for their quantitative evaluation are based on the effects of erythrocytes hemolysis or agglutination and on the amidolytic product properties of cascade reactions. These methods require the obligatory use of reference materials (RMs). The development of RMs, acting as the carrier of the quantitative characteristics of the human immunoglobulins and human albumin impurities, is fraught with the difficulty of selecting a candidate, substantiating the certification methodology, and determining the relevant characteristics. In this research, we used human immunoglobulin solutions with normalized haemagglutinin content, anti-D antibodies or anti-complementary activity in a different range, whose quality was studied using haemagglutination and chromogenic methods, and the complement fixation test. Methodological approaches to the RM development and certification were justified using system analysis and forensic audit methods.

The results demonstrate the necessity of using RMs to assess the stability of analytical work by applying anti-complementary activity determination, haemagglutinin content or anti-D antibody methods. It is established that RMs allow the quantitative content of haemagglutinins, anti-D antibodies and prekallikrein activator to be established. The value of the CRM characteristics should be approximated to the qualitative composition of these impurities in the analysed products, but in amounts not detectable (to produce negative RM components) or exceeding permissible maxima (to produce positive RM components).

Keywords: quality control, human immunoglobulin products, human albumin products, specific safety, anticomplementary activity, anti-A and anti-B haemagglutinins, anti-D antibodies, prekallikrein activator, reference materials, hemagglutination methods, complement fixation test, chromogenic assay

Используемые сокращения:

АКА – антикомплементарная активность
 АПК – активатор прекалликреина
 АЧ – альбумин человека
 BRP – биологический референс (эталонный) препарат (biological reference preparation)
 ВОЗ – Всемирная организация здравоохранения
 ГА – гемагглютинины
 ГФ – Государственная фармакопея
 ЕФ – Европейская фармакопея
 ИГЧ – иммуноглобулины человека
 МЕ – международные единицы
 МНПГ – метод непрямой гемагглютинации
 МПГ – метод прямой гемагглютинации
 НД – нормативная документация
 NIBSC – Национальный институт биологических стандартов и контроля
 ОСО – отраслевой стандартный образец
 ОФС – общая фармакопейная статья
 РСК – реакция связывания комплемента
 СО – стандартные образцы

Abbreviations used in the article:

ACA – anticomplementary activity
 PKA – prekallikrein activator
 HA – human albumin
 BRP – biological reference preparation
 WHO – World Health Organisation
 HAE – haemagglutinins
 SPH RF – State Pharmacopoeia of the Russian Federation
 Ph. Eur. – European Pharmacopoeia
 HIG – human immunoglobulins
 IU – international units
 IHA test – indirect haemagglutination test
 DHA test – direct haemagglutination test
 PSF – product specification file
 NIBSC – National Institute for Biological Standards and Control
 IRM – industry reference material
 GM – general monograph
 CFT – complement fixation test
 RM – reference material

Введение

К инфузионным препаратам ИГЧ и АЧ предъявляются высокие требования по специфической безопасности, связанной с влиянием лекарственного средства на системы комплемента, калликреин-кининовую и гемостаза. Наличие ГА (анти-А и анти-В антител- иммуноглобулинов класса G) в титре менее 1:64 позволяет снизить риск возникновения внесосудистых нежелательных реакций, обусловленных активацией макрофагов в первые 10 суток с момента внутривенного введения препарата ИГЧ пациентам не I(0) группы крови. При содержании анти-D антител в этих препаратах в титре не более 1:8 у резус-положительных пациентов с нарушениями иммунной системы вероятность гемолитических осложнений иммуноглобулинотерапии незначительна. АКА не более 50 % (что соответствует не более 1 СН₅₀ на 1 мг белка иммуноглобулина) позволяет устранить такие нежелательные реакции, как приливы, головная боль, лихорадка, тахикардия. При содержании АПК в инфузионных препаратах ИГЧ и АЧ менее 35 МЕ/мл гипотензивный эффект, связанный с влиянием β-фрагмента активированного фактора Хагемана на калликреин-кининовую систему при инфузиях, минимален. «Анти-А и анти-В гемагглютинины», «Анти-D антитела», «Антикомплементарная активность», «Активатор прекалликреина» – показатели качества, позволяющие прогнозировать переносимость пациентами применение этих препаратов. Методы их оценки основаны на биологических эффектах (агглютинация или гемолиз эритроцитов), на амидолитических свойствах

продуктов каскадных реакций (расщепление специфического субстрата) и сопряжены с использованием реагентов биологического происхождения (комплемента, гемолитическая сыворотка, эритроциты, антиглобулиновая сыворотка, прекалликреин), стандартизация которых по всем свойствам невозможна. Однако современная практика экспертизы лекарственных средств предъявляет все более жесткие требования к методам и методикам, используемым при оценке их качества. Основополагающее значение в совершенствовании процедур испытаний препаратов ИГЧ и АЧ по показателям специфической безопасности имеют СО, некоторые из которых используют для оценки стабильности аналитической работы (оценка пригодности системы), другие вместе с методикой испытаний являются средством передачи единицы величины и позволяют устанавливать количественное содержание примесей [1].

Обзор литературы

Международная практика изготовления и применения СО для контроля качества препаратов иммуноглобулинов и альбумина человека свидетельствует о значительной вариабельности методических подходов. Для оценки предельного или превышающего предельное содержание ГА, АПК, анти-D антител, также как и для получения уровня АКА в диапазоне более 50 %, необходимы СО, несоответствующие по этим показателям качества требованиям НД на препараты. Однако СО ЕФ (BRP) и международные (NIBSC) представляют собой серию лекарственного средства им-

муноглобулина или альбумина человека, выпущенную без нарушений технологического процесса. Для достижения соответствующего аттестованного значения далее производитель СО осуществляет дополнительную «обработку материала (также называемое «изготовление» или «приготовление»))» [2] или подбор условий его применения. Так, СО иммуноглобулина человека Human immunoglobulin for anticomplementary activity BRP является лиофильно высушенным высокоочищенным ИГЧ [3]. Условием для получения значений в диапазоне более 50 % (положительный контроль) является увеличение количества исходного восстановленного раствора СО. В зависимости от серии СО положительный контроль формируют либо использованием 0,6 мл исходного восстановленного раствора СО, либо 0,8 мл, отрицательный контроль при этом формируют использованием 0,2 мл исходного восстановленного раствора СО. Уровень АКА повышается не за счет увеличенного содержания конформационно измененных молекул белка иммуноглобулина, которые и являются пусковым механизмом каскада активации системы комплемента в организме пациента при иммуноглобулинотерапии, а за счет увеличения количества белка иммуноглобулина в методике РСК, используемой для оценки качества препарата по уровню АКА. Для отрицательного контроля может использоваться любая серия ИГЧ, соответствующая требованиям НД по АКА. Аттестованные значения АКА этого СО находятся в широком диапазоне и вне зависимости от серии составляют 10–40 % и 60–100 % для отрицательного и положительного контролей соответственно. Количество анти-А и анти-В ГА в препаратах иммуноглобулинов может быть выявлено методами прямой и непрямой гемагглютинации [4]. Их титр определяют как максимальное разведение препарата, при котором происходит агглютинация тестовых эритроцитов любой степени интенсивности. Для контроля стабильности аналитической работы в различных диапазонах значений результатов измерения содержания ГА необходимо использование положительного и отрицательного СО. Для оценки количественного содержания – СО с содержанием ГА в титре 1:64 (СО лимита содержания ГА), равно предельно допустимому для исследуемых препаратов. Содержание анти-А и анти-В ГА в крови доноров не одинаково, соответственно, содержание ГА в ИГЧ зависит от степени превалирования в производственном пуле плазмы крови доноров той или иной группы крови. С учетом этого обстоятельства при изготовлении положительного СО (международного и ЕФ) в качестве целевого значения принимается

любое, фактически содержащееся в кандидате количество анти-А и анти-В ГА в диапазоне от 1:16 до 1:32, которое может быть либо одинаковым для обоих видов ГА, либо различным. Так, положительный контроль в составе международного СО (NIBSC) представляет собой раствор ИГЧ с различным содержанием ГА: анти-А в диапазоне от 1:32 до 1:64, анти-В – от 1:16 до 1:32 [5]. СО ЕФ, также являясь раствором ИГЧ, содержит и анти-А, и анти-В гемагглютинины на уровне 1:32 [3]. Для изготовления отрицательного СО используется серия ИГЧ, не содержащая ГА. СО лимита содержания ГА (международный и ЕФ) представляют собой растворы ИГЧ с добавлением мышинных моноклональных антител для достижения целевого значения 1:64. Эти СО аттестованы и рекомендованы для применения только в МПГ, так как в МНПГ мышинные антитела невозможно выявить. Указанные СО аттестованы по той же методике, для которой и предполагается их применять. Содержание анти-D антител в препаратах ИГЧ, определенное в реакции гемагглютинации, не должно превышать титр положительного стандарта. Титр анти-D антител определяют как максимальное разведение препарата, при котором происходит агглютинация резус-положительных эритроцитов любой степени интенсивности. Специфичность анализа подтверждается применением отрицательного СО, а также резус-отрицательных эритроцитов. В настоящее время в международной практике применяются СО международный и ЕФ [3, 5]. Положительный СО имеет номинальный титр 1:8 и получен разведением в 6000 раз международного СО антирезусного иммуноглобулина с активностью 285 МЕ/мл в растворе ИГЧ. Антирезусная активность положительного СО содержания анти-D антител является расчетной величиной, а аттестация по номинальному титру осуществляется с помощью методики, рекомендованной и для применения. Оценка предельного содержания АПК проводится хромогенным методом посредством сравнения со СО, откалиброванным в МЕ [4]. Современные СО представляют собой серию препарата АЧ с повышенным содержанием АПК, приближающимся к предельно допустимому в препаратах ИГЧ и АЧ, которое может быть достигнуто изменением определенных этапов технологии изготовления препарата (СО международный и ЕФ) или внесением дополнительно высокоочищенного АПК (СО Фармакопеи США) [3, 5, 6]. С целью стандартизации методик оценки специфической безопасности препаратов ИГЧ и АЧ были разработаны и включены в ГФ Российской Федерации XIII издания ОФС «Определение антикомплемментарной актив-

ности лекарственных препаратов иммуноглобулинов человека», «Определение анти-А и анти-В гемагглютининов в лекарственных препаратах иммуноглобулинов человека», «Испытание на анти-Д антитела в лекарственных препаратах иммуноглобулинов человека», в соответствии с которыми для оценки качества препаратов необходимо применение СО [7]. Использование только международных СО для рутинных методов анализа экономически нецелесообразно и не обеспечивает соблюдение принципов национальной безопасности. Кроме того, различия в методах фармакопейного анализа препаратов ИГЧ (например, по содержанию ГА) не позволяет применять международные СО в методиках ОФС.1.8.2.0004.15. В соответствии с рекомендациями ВОЗ должны разрабатываться национальные (отечественные) СО [8]. Для их разработки, аттестации и адекватного применения необходимо обоснование соответствующих методических подходов.

Материалы и методы

В качестве объектов исследования выбраны растворы иммуноглобулинов человека с нормируемым содержанием гемагглютининов, анти-Д антител или антикомплемментарной активностью в различном диапазоне. Для определения количественных характеристик по показателям специфической безопасности использовали реакцию связывания компонента, методы непрямой и прямой гемагглютинации, хромогенный, спектрофотометрический методы в соответствии с ГФ и ЕФ, при обосновании методических подходов использовали методы системного анализа и документальной экспертизы.

Результаты исследования

Методикой определения АКА в соответствии с ОФС.1.8.2.0007.15 предусмотрено использование СО, положительный и отрицательный контроли которого позволяют оценивать стабильность аналитической работы в различных диапазонах значений результатов испытаний. При разработке отечественного СО для АКА использовали принцип максимального приближения к содержанию в его составе примесей, характеризующих уровень АКА. Установлено, что молекулы иммуноглобулина приобретают способность спонтанно активировать систему компонента вследствие агрегации в процессе фракционирования плазмы крови. Аналогичные изменения строения и межмолекулярных взаимодействий иммуноглобулинов класса G могут быть обусловлены нагреванием, обработкой органическими растворителями и химическими реагентами [9].

Разработка способа получения СО, включающего приготовление растворов ИГЧ с установленной АКА: для положительного контроля – путем прогревания раствора иммуноглобулина человека при температуре $(56 \pm 1)^\circ\text{C}$ до достижения уровня АКА $(60-90)\%$; для отрицательного контроля – раствор коммерческого препарата ИГЧ без каких-либо физических воздействий при условии соответствия уровня АКА $(10-45)\%$, позволила обосновать состав и способ применения отечественного СО [10]. Отечественный СО иммуноглобулина человека (ОСО 42–28–430) состоит из двух компонентов: отрицательный контроль – раствор ИГЧ со средним значением АКА $40,5\%$; $41,6\%$ и $38,7\%$ (для трех аттестованных серий), положительный контроль – термически обработанный раствор ИГЧ со средним значением АКА $76,6\%$; $75,7\%$ и $69,9\%$ [11–13]. Установленная неопределенность СО этих серий составила около 10% , что свидетельствует о более высокой стабильности аттестованных характеристик по сравнению со СО BRP, для которого неопределенность составляет от 15% до 33% [14].

Российским государственным стандартом качества (ОФС.1.8.2.0005.15) предусмотрено определение содержания анти-А и анти-В гемагглютининов в препаратах иммуноглобулинов человека методом непрямой гемагглютинации, что обуславливает невозможность использования СО международного и ЕФ. Наиболее значимыми в отношении осложнений инфузионной терапии препаратами ИГЧ являются ГА, относящиеся к иммуноглобулинам класса G. В крови доноров только I(0) группы крови присутствуют эти антитела, в крови доноров II(A) и II(B) содержатся анти-В или анти-А (соответственно) ГА, относящиеся к иммуноглобулинам класса M, которые в процессе фракционирования исключаются из состава препарата. В крови доноров IV(AB) группы крови не выявляются ни анти-А, ни анти-В ГА. Использование для изготовления кандидатов в СО плазмы крови доноров соответствующей группы крови в сочетании с контролируемым процессом концентрирования конечного продукта в соответствии с исходным содержанием ГА позволило разработать СО «Набор для определения содержания анти-А и анти-В гемагглютининов» (ОСО 42–28–439), включающий пять компонентов [15,16]. Четыре из них изготовлены из плазмы крови доноров I(0) группы, но с разной степенью концентрирования до достижения целевого значения содержания анти-А и анти-В ГА в диапазоне от $1:16$ до $1:64$ (для положительных компонентов) и $1:64$ для компонентов лимита содержания соответствующих ГА. Отрицательный компонент не содержит ГА бла-

годаря использованию плазмы крови доноров VI(AB) группы. Разработка СО для определения содержания ГА на основе растворов ИГЧ, содержащих примеси ГА, которые и обуславливают возникновение нежелательных явлений иммуноглобулинотерапии, позволяет использовать для его аттестации различные методы, регламентированные для контроля качества препаратов ИГЧ—МППГ и МНППГ. Наличие СО, аттестуемые характеристики которого установлены с использованием МППГ и МНППГ, не только обеспечивает стандартизацию этих методов, но и позволяет проводить сравнительную оценку количественных характеристик примесей ГА в различных препаратах ИГЧ.

Предел количественного содержания анти-D антигенов в ИГЧ установлен в результате ретроспективного анализа осложнений, возникающих у резус-положительных пациентов при применении препаратов, агглютинирующих тестовые эритроциты в разведении 1:16–1:32. [17, 18]. В качестве положительного контроля при оценке содержания анти-D антигенов было использовано разведение внутримышечного антирезусного иммуноглобулина Partobulin (Immuno Ltd, Sevenoaks, Kent, UK) до теоретического содержания 0,05 МЕ/мл с номинальным титром 1:8, что и послужило основанием считать, что положительный контроль при оценке качества препаратов ИГЧ должен иметь указанную активность. Стратегия изготовления СО международного и ЕФ не позволяет точно охарактеризовать антирезусную активность положительного СО, так как в реакции гемагглютинации вариабельность результатов высока, в том числе благодаря использованию двукратного шага разведения; разведение в 6000 раз аттестованного антирезусного ИГЧ также вносит свой вклад в неопределенность содержания анти-D антигенов. Более обоснованным является использование для разработки СО раствора ИГЧ, полученного из плазмы крови доноров соответствующей резус-принадлежности с разной степенью концентрирования до достижения целевого значения содержания анти-D антигенов. Использование метода проточной цитофлуориметрии позволяет установить аттестованные значения содержания анти-D антигенов в МЕ, метод гемагглютинации позволяет определить номинальный титр. Отечественный СО «Набор для определения содержания анти-D антигенов» (ОСО 42–28–440) включает в себя два компонента [19]. Отрицательный компонент, изготовленный из плазмы крови резус-положительных доноров I(0) группы крови, анти-D антигенов не содержит. Целевое значение содержания анти-D антигенов в положительном компоненте достигается благода-

ря использованию плазмы крови резус-отрицательных доноров IV(AB) группы крови. Положительный компонент аттестован двумя методами: гемагглютинации (титр составляет 1:8) и методом проточной цитофлуориметрии (антирезусная активность составляет 0,7 МЕ/мл). Наличие характеристики, аттестованной в сравнении с международными СО двумя методами, один из которых (проточная цитофлуориметрия) является более точным и объективным, позволяет стандартизовать получение положительного компонента СО.

С учетом международного опыта разработки СО содержания АПК было изучено содержание АПК в коммерческих сериях препаратах АЧ [20, 21]. Установлено, что технологические особенности производства отечественных препаратов из плазмы крови человека не позволяют использовать коммерческие серии АЧ в качестве кандидата в СО. Изменение этапов производства АЧ нецелесообразно, следовательно, необходимо рассматривать возможность разработки отечественного СО с использованием высокоочищенного β-фрагмента активированного фактора Хагемана, являющегося истинным АПК, контаминирующим препараты АЧ.

Обсуждение и заключение

Таким образом, в оценке специфической безопасности препаратов ИГЧ и АЧ СО играют ключевую роль. Разработка СО, количественно характеризующих примеси, обуславливающих возникновение нежелательных реакций при применении препаратов иммуноглобулинов и альбумина человека, требует подбора кандидата в СО. Отечественные СО разработаны с учетом максимального приближения к содержанию в их составе примесей, количественная характеристика которых и является аттестуемым значением. Из-за отсутствия в настоящее время альтернативных методик измерения величин, характеризующих показатели специфической безопасности, ОСО иммуноглобулина человека, ОСО «Набор для определения содержания анти-A и анти-B гемагглютининов» аттестованы той же методикой, для которой они и предназначены. Преимуществом положительного компонента ОСО «Набор для определения содержания анти-D антигенов» является аттестация его двумя методами.

Благодарности

Авторы искренне благодарят рецензентов и редакционную коллегию за высокопрофессиональное и благожелательное отношение, проявленное при подготовке материалов к опубликованию.

ЛИТЕРАТУРА

1. Актуальные вопросы стандартных образцов в сфере обращения биологических лекарственных средств / Р. А. Волкова [и др.] // БИОпрепараты. Профилактика, диагностика, лечение. 2016. Т. 16. № 4. С. 229–234. Doi:10.30895/2221–996X-2016-16-4-229-236
2. ГОСТ ISO Guide 34–2014 Межгосударственный стандарт. Общие требования к компетентности изготовителей стандартных образцов. М.: Стандартинформ, 2016, 24 с.
3. Ph. Eur. Reference Standards [сайт]. URL: <https://www.edqm.eu/>
4. European Pharmacopoeia EDQM. 9 Ed. (Доступ по подписке) [сайт]. URL: <http://online6.edqm.eu/ep805/#>.
5. National Institute for Biological Standards and Control. Biological reference materials // National Institute for Biological Standards and Control (NIBSC) [сайт]. URL: <https://nibsc.org/products.aspx>
6. Food and Drug Administration [сайт]. URL: <https://www.fda.gov/default.htm>.
7. Государственная фармакопея XIII online (ГФ 13 online) // Фармакопея.рф [сайт]. URL: <http://pharmacopoeia.ru/gosudarstvennaya-farmakopeya-xiii-online-gf-13-online/>
8. International Biological Reference Preparations // WHO Technical Report Series. 2000. 897.
9. Borg A.-L. Investigation of method for determination of anticomplementary activity (ACA) in Octagam: master's thesis. Stockholm. 2009. URL: <http://liu.diva-portal.org/smash/get/diva2:241409/fulltext01.pdf>.
10. Способ получения положительного контроля стандартного образца иммуноглобулина человека для определения антикомплементарной активности препаратов иммуноглобулинов человека, и стандартный образец иммуноглобулина человека для определения антикомплементарной активности препаратов иммуноглобулинов человека: пат. 2577703 С1 РФ; заявл. 09.02.2015; опубл. 20.03.2016. Бюл. № 8.
11. Разработка стандартного образца для определения антикомплементарной активности препаратов иммуноглобулинов человека / М. А. Кривых [и др.] // Химико-фармацевтический журнал. 2015. Т. 49. № 6. С. 40–42. Doi 10.30906/0023-1134-2015-49-6-40-42
12. Аттестация стандартного образца иммуноглобулина человека для определения антикомплементарной активности // М. А. Кривых [и др.] // Химико-фармацевтический журнал. 2016. Т. 50. № 12. С. 61–64. Doi 10.30906/0023-1134-2016-50-12-61-64

REFERENCES

1. Volkova R. A., Fadeikina O. V., Klimov V. I., Sakanyan E. I., Olefir Y. V., Merkulov V. A., Movsesyants A. A., Bondarev V. P., Borisevich I. V., Shvedov D. V. Topical issues related to reference standards in the sphere of circulation of biological products. BIOpreparations. Prevention, Diagnosis, Treatment. 2016;16(4):229–236. (In Russ.). Doi:10.30895/2221–996X-2016-16-4-229-236
2. GOST ISO Guide 34–2014 General requirements for the competence of reference material producers. Moscow, Standartinform Publ., 2016. (In Russ.)
3. Ph. Eur. Reference Standards. Available via <https://www.edqm.eu/>
4. European Pharmacopoeia EDQM. 9 Ed. Subscription required. Available via <http://online6.edqm.eu/ep805/#>.
5. National Institute for Biological Standards and Control. Biological reference materials. Available via <https://nibsc.org/products.aspx>
6. Food and Drug Administration [site]. Available via <https://www.fda.gov/default.htm>.
7. State Pharmacopoeia of the Russian Federation, XIII ed. Available via <http://pharmacopoeia.ru/russian-pharmacopoeia/>
8. Recommendations for the production and control of Haemophilus influenzae type b conjugate vaccines. WHO Technical Report Series. 2000;(897). Available via https://www.who.int/biologicals/publications/trs/areas/vaccines/influenza/WHO_TRS_897_A1.pdf?ua=1
9. Borg A.-L. Investigation of method for determination of Anticomplementary activity (ACA) in Octagam®: master's thesis. Stockholm. 2009. Available via <http://liu.diva-portal.org/smash/get/diva2:241409/fulltext01.pdf>.
10. Krivikh MA, Kornilova OG, Kudasheva EY (2015) A method for obtaining a positive control of an RM of human immunoglobulin to determine the anti-complementary activity of human immunoglobulin preparations, and an RM of human immunoglobulin to determine the anti-complementary activity of human immunoglobulin preparation. RF Patent, 2577703 C1, 9 February 2015. (In Russ.)
11. Krivikh M. A. et al. Development of a reference standard for the determination of anticomplementary activity of human immunoglobulin. Pharmaceutical chemistry journal. 2015;49(6):40–42. (In Russ). Doi 10.30906/0023-1134-2015-49-6-40-42
12. Krivikh M. A. et al. Certification of standard samples of human immunoglobulin For determination of anticomplementary activity. Pharmaceutical chemistry journal. 2016;50(12):61–64. (In Russ). Doi 10.30906/0023-1134-2016-50-12-61-64

13. Изучение возможности увеличения срока годности стандартного образца иммуноглобулина человека для определения антикомплемментарной активности / О. Г. Корнилова [и др.] // БИОпрепараты. Профилактика, диагностика, лечение. 2017. Т. 17. № 2. С. 110–115. Doi 10.30895/2221-996X-2017-17-2-110-115

14 Sandberg E., Daas A., Behr-Gross M-E. Collaborative study to establish human immunoglobulin BRP batch 3 and human immunoglobulin (molecular size) BRP batch 1 // *Pharmeuropa Bio*. 2006. 1. C. 37–49.

15. Стандартный образец содержания анти-А и анти-В гемагглютининов в препаратах крови человека: пат. 2671415 РФ; заявл. 05.06.2017; опубл. 31.10.2018. Бюл. № 31.

16. Стандартизация метода определения содержания гемагглютининов в препаратах иммуноглобулинов человека в России / О. Г. Корнилова [и др.] // *Химико-фармацевтический журнал*. 2017. Т. 51, № 11. С. 57–60. Doi 10.30906/0023-1134-2017-51-11-57-60

17. Pisani G., Wirz M., Gentili G. Anti-D testing in intravenous immunoglobulins: shouldn't it be considered? // *Vox. Sang.* 1996. Vol. 71. № 2. P. 132. Doi 10.1046/j.1423-0410.1996.7120132.x

18. Turner C. E., Thorpe S., Brasher M. Anti-Rh D Activity of Commercial Intravenous Immunoglobulin Preparations. // *Vox. Sang.* 1999. Vol. 76. № 1. P. 55–58. Doi 10.1046/j.1423-0410.1999.7610055.x

19. Корнилова О. Г., Кудашева Э. Ю., Нечаев А. В., Стручкова И. Н., Борисевич И. В. (2017) Стандартный образец содержания анти-Д антител в препаратах иммуноглобулинов человека. Заявка на патент Российской Федерации № 2017144239 (18.12.2017)

20. Кривых М. А., Корнилова О. Г., Жук И. Е. Количественное содержание активатора прекалликреина в отечественных лекарственных препаратах альбумина человека // *Медицинская иммунология*. 2017. Т. 19. № 3. С. 271–272.

21. Валидация метода определения содержания активатора прекалликреина в препарате «Альбумин человека» / М. В. Томилин [и др.] // БИОпрепараты. Профилактика, диагностика, лечение. 2017. Т. 17. № 1. С. 59–64. Doi 10.30895/2221-996X-2017-17-1-59-64

13. Kornilova O. G., Kriviykh M. A., Husnatdinova E. A., Konovalova E. S., Volkova R. A., Fadeykina O. V., Kudasheva E. Y., Movsesyants A. A. Contemplation of the possibility of extending the shelf life of human immunoglobulin reference standard used for determination of anticomplementary activity. *BIOpreparations. Prevention, Diagnosis, Treatment*. 2017;17(2):110–115. (In Russ.) Doi 10.30895/2221-996X-2017-17-2-110-115

14 Sandberg E., Daas A., Behr-Gross M-E. Collaborative Study to Establish Human Immunoglobulin BRP Batch 3 and Human Immunoglobulin (Molecular Size) BRP Batch 1. *Pharmeuropa Bio*. 2006;(1):37–49.

15. Russian Federation patent No. 2671415; (2017).

16. Kornilova O. G., Nechaev A. V., I. V. Borisevich, Kudasheva E. Y. Standardization of the method for determining hemagglutinin content in human immunoglobulin preparations in Russia. *Pharmaceutical Chemistry Journal*. 2017;51(11):57–60. Doi 10.30906/0023-1134-2017-51-11-57-60

17. Pisani G., Wirz M., Gentili G. Anti-D testing in intravenous immunoglobulins: shouldn't it be considered? // *Vox. Sang.* 1996;71(2):132. Doi 10.1046/j.1423-0410.1996.7120132.x

18. Turner C. E., Thorpe S., Brasher M. Anti-Rh D Activity of Commercial Intravenous Immunoglobulin Preparations. // *Vox. Sang.* 1999;76(1):55–58. Doi 10.1046/j.1423-0410.1999.7610055.x

19. Kornilova O. G., Kudasheva E. Iu., Nechaev A. V., Struchkova I. N., Borisevich I. V. (2017) Reference material of anti-D antibody content in human immunoglobulin preparations. RF Patent application, № 2017144239, 2017 (In Russ.)

20. Kriviykh M. A., Kornilova O. G., Zhuk I. E. Prekallikrein activator content in domestically-produced human albumin products. *Medical Immunology*. 2017;19(S. P.): 271–272.

21. Tomilin M. V., Filatova E. V., Kuznetsova M. M., Sudakova V. V., Zubkova N. V. Validation of the method for determination of prekallikrein activator in Human Albumin. *BIOpreparations. Prevention, Diagnosis, Treatment*. 2017;17(1):59–64. Doi 10.30895/2221-996X-2017-17-1-59-64

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Корнилова Ольга Геннадьевна – канд. мед. наук, главный эксперт лаборатории иммуноглобулинов и препаратов крови Испытательного центра экспертизы качества МИБП ФГБУ «НЦЭСМП» Минздрава России. Российская Федерация, Москва, переулок Сивцев Вражек, д. 41. e-mail: Kornilova@expmed.ru ORCID: 0000-0003-1439-2052

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Olga G. Kornilova – Ph. D. (Medicine), Chief expert of the immunoglobulin laboratory and Blood Products of Quality Testing Center of «Scientific Centre for Expert Evaluation of Medicinal Products» of the Ministry of Health of the Russian Federation. 41, Sivtsev Vrazhek alley, Moscow. e-mail: Kornilova@expmed.ru ORCID: 0000-0003-1439-2052

Кривых Максим Андреевич – канд. фарм. наук, ведущий эксперт управления экспертизы аллергенов, цитокинов и других иммуномодуляторов Центра экспертизы и контроля МИБП ФГБУ «НЦЭСМП» Минздрава России. Российская Федерация, Москва, переулок Сивцев Вражек, д. 41.
e-mail: Krivykh@expmed.ru
ORCID:0000-0002-2003-1264

Волкова Рауза Асхатовна – д. биол. наук, начальник лаборатории молекулярно-биологических и генетических методов испытаний Испытательного центра экспертизы качества МИБП ФГБУ «НЦЭСМП» Минздрава России. Российская Федерация, Москва, переулок Сивцев Вражек, д. 41.
e-mail: Volkova@expmed.ru
ORCID: 0000-0001-8698-2890

Борисевич Игорь Владимирович – д. мед. наук, профессор, директор Центра планирования и координации научно-исследовательских работ ФГБУ «НЦЭСМП» Минздрава России. Российская Федерация, Москва, Волоколамский проезд, д. 10, корп. 10.
e-mail: Borisevich@expmed.ru
ORCID: 0000-0002-0713-7419

Maxim A. Krivykh – Ph. D. (Pharmaceuticals), Lead expert of management expertise allergens, cytokines and other immunomodulators of Center of Expertise and Control of «Scientific Centre for Expert Evaluation of Medicinal Products» of the Ministry of Health of the Russian Federation.
41, Sivtsev Vrazhek alley, Moscow.
e-mail: Krivykh@expmed.ru
ORCID:0000-0002-2003-1264

Rauza A. Volkova – D. Sc. (Biology), Head of the molecular-biological laboratory and genetic testing methods of Quality Testing Center of «Scientific Centre for Expert Evaluation of Medicinal Products» of the Ministry of Health of the Russian Federation.
41, Sivtsev Vrazhek alley, Moscow.
e-mail: Volkova@expmed.ru
ORCID: 0000-0001-8698-2890

Igor B. Borisevich – D. Sc. (Medicine), Professor, Director of the Center for Planning and coordination of research works of «Scientific Centre for Expert Evaluation of Medicinal Products» of the Ministry of Health of the Russian Federation.
10, Volokolamsky passage, Moscow.
e-mail: Borisevich@expmed.ru
ORCID: 0000-0002-0713-7419

■ СЛИЧЕНИЯ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ / REFERENCE MATERIAL COMPARISONS

DOI: 10.20915/2077-1177-2018-14-3-4-43-50

УДК 006.82:543.08:543.51

РАЗРАБОТКА ОБРАЗЦОВ ДЛЯ МСИ И СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ ДЛЯ ОБЕСПЕЧЕНИЯ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПОКАЗАТЕЛЕЙ СОСТАВА ВОЗДУШНЫХ СРЕД*

© А. М. Богачева, О. Б. Пономарева, Ю. В. Канаева

ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии», г. Екатеринбург, Российская Федерация
E-mail: anna-bogacheva86@yandex.ru, ORCID iD: 0000-0002-3061-6979

Поступила в редакцию – 20 мая 2018 г., после доработки – 18 августа 2018 г.

Принята к публикации – 10 сентября 2018 г.

Введение. В статье описывается подход к разработке образцов для межлабораторных сличительных испытаний и идентичных им стандартных образцов для метрологического обеспечения результатов измерений содержания вредных веществ в воздушных средах.

Материалы и методы измерений. Сорбенты: твердый сорбент, фильтр, жидкий поглотитель. Метод фотометрии, метод атомной абсорбции, метод атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой.

Результаты исследования. В статье описан оптимальный алгоритм создания универсальных образцов, которые можно использовать для метрологического обеспечения большого числа методик анализа воздушных сред.

Обсуждение и заключение. Описанный в статье подход применяется при создании образцов для проверки квалификации лабораторий и стандартных образцов, которые могут быть использованы для аттестации методик анализа воздушных сред, градуировки средств измерений, внутреннего и внешнего контроля качества результатов измерений показателей методик анализа воздушных сред.

Ключевые слова: межлабораторные сличительные испытания (МСИ), провайдер МСИ, образцы для МСИ, воздушные среды, атмосферный воздух, воздух рабочей зоны, промышленные выбросы в атмосферу, лабораторная проба, стандартные образцы

Ссылка при цитировании:

Богачева А. М., Пономарева О. Б., Канаева Ю. В. Разработка образцов для МСИ и стандартных образцов для обеспечения качества результатов измерений показателей состава воздушных сред // Стандартные образцы. 2018. Т. 4. № 3–4. С. 43–50. DOI 10.20915/2077-1177-2018-14-3-4-43-50.

For citation: Bogacheva A. M., Ponomareva O. B., Kanaeva Yu. V. Development of interlaboratory comparison test samples and reference materials for the quality assurance of air composition measurements. Reference materials. 2018; 14 (3–4) 43–50. DOI 10.20915/2077-1177-2018-14-3-4-43-50 (In Russ.).

* Материалы данной статьи переведены на английский язык и опубликованы в сборнике «Reference Materials in Measurement and Technology», издательство Springer

DEVELOPMENT OF INTERLABORATORY COMPARISON TEST SAMPLES AND REFERENCE MATERIALS FOR THE QUALITY ASSURANCE OF AIR COMPOSITION MEASUREMENTS

© Anna M. Bogacheva, Olga B. Ponomareva, Yulia V. Kanaeva

Ural Research Institute for Metrology (UNIIM) Ekaterinburg, Russian Federation

E-mail: anna-bogacheva86@yandex.ru, ORCID iD: 0000-0002-3061-6979

Received – 20 May 2018. Revised – 18 August 2018.

Accepted for publication – 10 September 2018.

Introduction. The article presents an approach to the development of interlaboratory comparison test samples and respective reference materials for use in the metrological assurance of measurements of hazardous substances in the ambient air.

Materials and methods. Solid and liquid sorbents, as well as air filters were used in the experiments. Measurement methods comprised photometry, atomic absorption spectrometry, inductively coupled plasma atomic emission spectrometry.

Results. An optimized algorithm for developing multi-purpose test samples that can be used for the metrological assurance of a large number of methods for analysing ambient air is presented.

Discussion and conclusions. The described approach has been used to develop test samples for laboratory proficiency testing and respective reference materials, which can be used in the certification of procedures for analysing ambient air quality, calibration of measurement instruments, as well as in the internal and external quality control of results obtained during ambient air quality measurements.

Keywords: interlaboratory comparison (ILC), ILC provider, ILC samples, air media, atmospheric air, workplace air, industrial emissions to the atmosphere, laboratory test sample, reference materials

Используемые в статье сокращения:

МСИ – межлабораторные сличительные испытания

СО – стандартные образцы

ГЭТ – государственный эталон

ГПЭ – государственный первичный эталон

Abbreviations used in the article:

ILC – interlaboratory comparisons

RM – reference materials

GET – State measurement standard

GPE – State primary measurement standard

Введение

МСИ с целью проверки квалификаций лабораторий проводят провайдеры МСИ Российской Федерации в соответствии с ГОСТ ISO/IEC 17043–2013, ГОСТ Р ИСО 13528–2010, РМГ 103–2010 [1–3]. МСИ с целью контроля точности результатов измерений содержания вредных веществ в воздушных средах: атмосферном воздухе, воздухе рабочей зоны и промышленных выбросах в атмосферу (рис. 1) – были проведены провайдером МСИ ФГУП «УНИИМ» (далее – провайдер МСИ) впервые в 2015 г. На протяжении четырех лет МСИ воздушных сред собирают большое количество участников (испытательных лабораторий), из чего можно сделать вы-

вод о том, что внешний контроль качества измерений состава воздушных сред является востребованным, а создание образцов для МСИ (образцов для проверки квалификации, образцов для контроля, далее – образцов) является перспективным направлением. Следует отметить, что подобные сличения также популярны в других странах, таких как Канада, Бразилия, Германия, Австрия, Великобритания [4].

Результаты исследования

При анализе воздушных сред применяют методики измерений, основанные на различных методах измерений, таких как газовая хроматография, спектрофотоме-



Рис. 1. Воздушные среды

Fig. 1. Air media

трия, атомно-абсорбционная спектрометрия, атомно-эмиссионная спектрометрия с индуктивной связанной плазмой и другие методы. Важной особенностью методик анализа воздушных сред является использование проб различного вида, которые доставляются в лабораторию – лабораторных проб.

Лабораторная проба может быть представлена в виде:

а) при газовой хроматографии – отобранный объем воздуха. На рис. 2а схематично представлена такая проба, помещенная в шприц;

б) при спектрофотометрии, атомно-абсорбционной спектрометрии с пламенным или электротермическим атолизатором, атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой или пламенным источником – сорбированные из воздушной среды компоненты, в том числе анализируемые, на твердый сорбент, фильтр АФА, жидкий поглотитель. На рис. 2б схематично представлена такая проба с сорбированными на фильтр АФА компонентами.

В настоящей статье рассматривается ситуация, когда лабораторная проба – это не проба самого анализируемого объекта, как в случае а) (Рис. 2а), а лабораторная проба в случае б) (Рис. 2б). Создание таких имитаторов лабораторной пробы является не простой задачей, так как не всегда понятно, что является объектом анализа. Соответственно, создают образцы для МСИ, имитирующие такие лабораторные пробы. Например, анализируемые в воздушной среде компоненты помещают на твердый сорбент, фильтр или в жидкий поглотитель. Аналогичный подход используют при создании образцов для МСИ в других странах. Например, в Австрии используют поглотительные растворы, а в Германии целлюлозно-нитратные фильтры.

К образцу для МСИ предъявляются определенные требования: образец должен быть однороден и стабилен в течение времени проведения проверки квалификации лабораторий. Кроме этого, помимо однородности и стабильности для провайдера ФГУП «УНИИМ» еще одним важным критерием хорошего образца является его универсальность применительно к различным методикам (методам) анализа воздушных сред для одного и того же компонента.

При участии в МСИ лаборатории используют разные методики определения одного и того же компонента в воздушных средах. Следует отметить, что провайдер МСИ проводит большую работу по анализу методик, используемых в лабораториях. При анализе методик обращают внимание на следующее: метод измерений, способ подготовки проб к анализу, материалы, используемые для поглощения компонентов, диапазон измерений анализируемого компонента в воздушной среде, аспирируемый объем воздуха, количество лабораторной пробы, необходимое для проведения измерений.

Например, рассмотрим несколько методик измерений массовой концентрации железа (общее железо) в воздушных средах [5–7] (табл. 1).

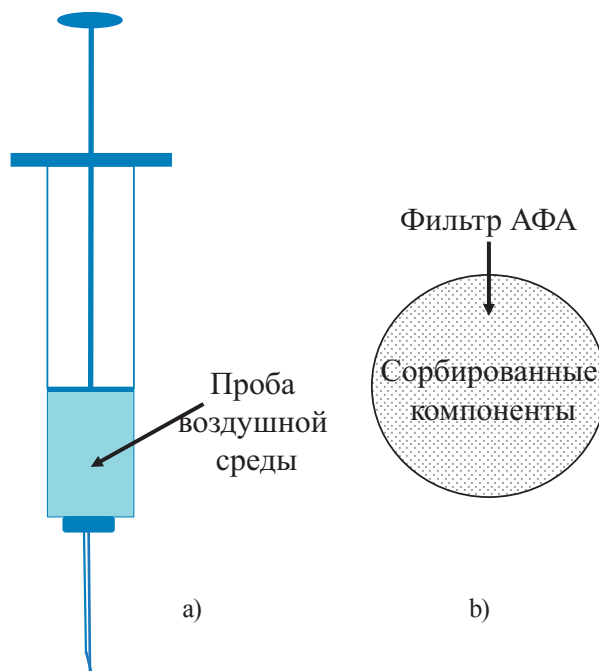


Рис. 2. Примеры лабораторных проб: а) для газовой хроматографии; б) для спектрофотометрии, атомно-абсорбционной спектрометрии, атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой

Fig. 2. Laboratory test samples: a) for gas chromatography; b) for spectrophotometry, atomic absorption spectrometry, inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

Таблица 1. Результаты выборочного анализа нескольких методик измерений массовой концентрации железа в воздушных средах

Table 1. Results of a random analysis of several measurement techniques used to monitor the iron mass concentration in the ambient air

№	Методика измерений	Метод измерений	Способ подготовки проб к анализу	Сорбент	Диапазон измерений массовой концентрации железа в воздушной среде, мг/м ³	Аспирируемый объем воздуха, дм ³
1	МВИ 07-04 Методика выполнения измерений массовой концентрации железа (Fe ⁺³) в промышленных выбросах фотометрическим методом	Метод фотометрии	«мокрое» озоление	Фильтр АФА	От 1,0 до 1500 вкл.	300
2	МУ 4945-88 Методические указания по определению вредных веществ в сварочном аэрозоле	п. 3.1. Метод спектрофотометрии	«сухое» озоление	Фильтр АФА	От 1,5 до 15 вкл.	200
		п. 3.4. Метод атомно-абсорбционной спектрометрии	«мокрое» озоление		От 0,01 до 10 вкл.	От 100 до 300 вкл.
3	ПНД Ф 13.1.66-09 Методика выполнения измерений массовой концентрации элементов в промышленных выбросах методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой	Метод атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой	«мокрое» озоление	Фильтр АФА	От 0,00125 до 25 вкл.	От 200 до 600 вкл.

Из таблицы видно, что у всех этих методик [5–7] разные методы измерений, способы подготовки проб к анализу, диапазоны измерений и аспирируемые объемы воздуха.

С учетом того, что существует множество разнообразных методик, задачей провайдера МСИ является создание таких образцов, чтобы они могли быть использованы для максимального числа методик измерений. При создании образца учитывают, какие материалы используются для поглощения анализируемого компонента (твердые сорбенты, фильтры, жидкие поглотители), способы подготовки проб к анализу (озоление «сухое», «мокрое» и др.), методы измерений (спектрофотометрия, атомно-абсорбционная спектрометрия и др.), количество лабораторной пробы, необходимое для проведения измерений.

Для того чтобы образцы могли быть использованы для максимального количества методик измерений, для каждой методики находят диапазон содержания определяемого компонента в лабораторной пробе, исходя из аспирируемого объема воздуха и диапазона измерений массовой концентрации определяемого компонента в воздушной среде, регламентируемых в методике. Далее находят общую область измерений содержания определяемого компонента, присущую любой из используемых методик. Содержание определяемого компонента в образце должно находиться в этой общей области (рис. 3).

В некоторых случаях невозможно определение общей области для всех используемых методик (рис. 4). В этом случае определяют несколько областей, для каждой из которых создают свой отдельный образец для МСИ.

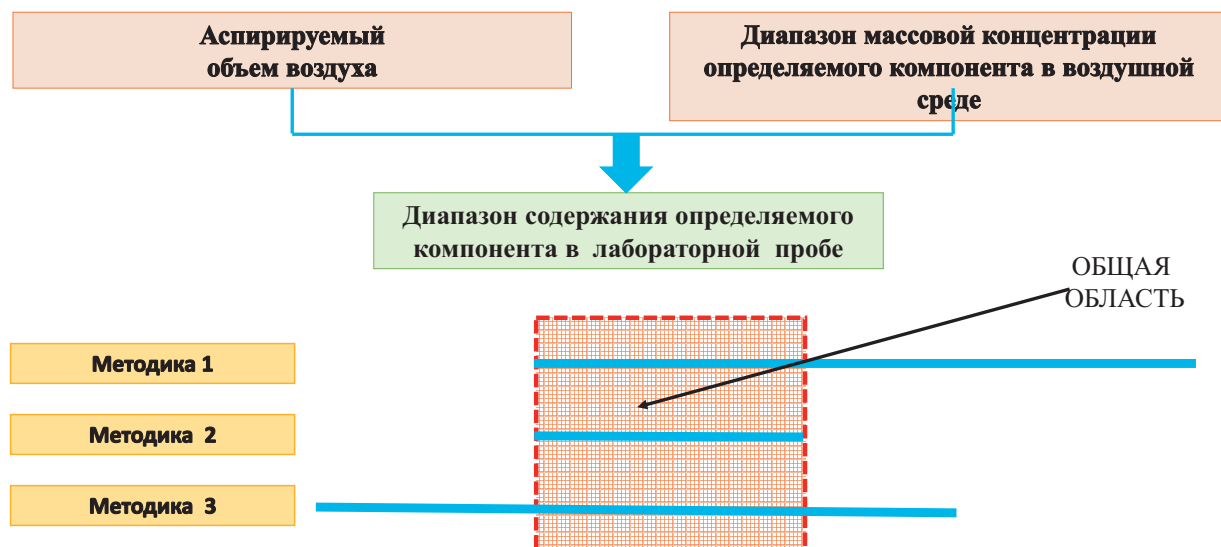


Рис. 3. Схема определения общей области

Fig. 3. Scheme for determining a measurement range common for all the measurement techniques used

Таким образом, после проведенного анализа методик, указанных в табл. 1, определена общая область содержания железа в лабораторной пробе, которая составляет от 0,3 мг до 1 мг. С учетом вышеизложенного может быть создан универсальный образец, предназначенный для всех проанализированных методик с содержанием определяемого компонента из установлен-

ной области. На сегодняшний день провайдером МСИ проведены 4 раунда МСИ по определению содержания железа (общее железо) в воздушных средах, при этом для двух раундов было создано по одному образцу (рис. 3), а по другим двум раундам было создано по два образца с разным содержанием определяемого компонента (рис. 4).

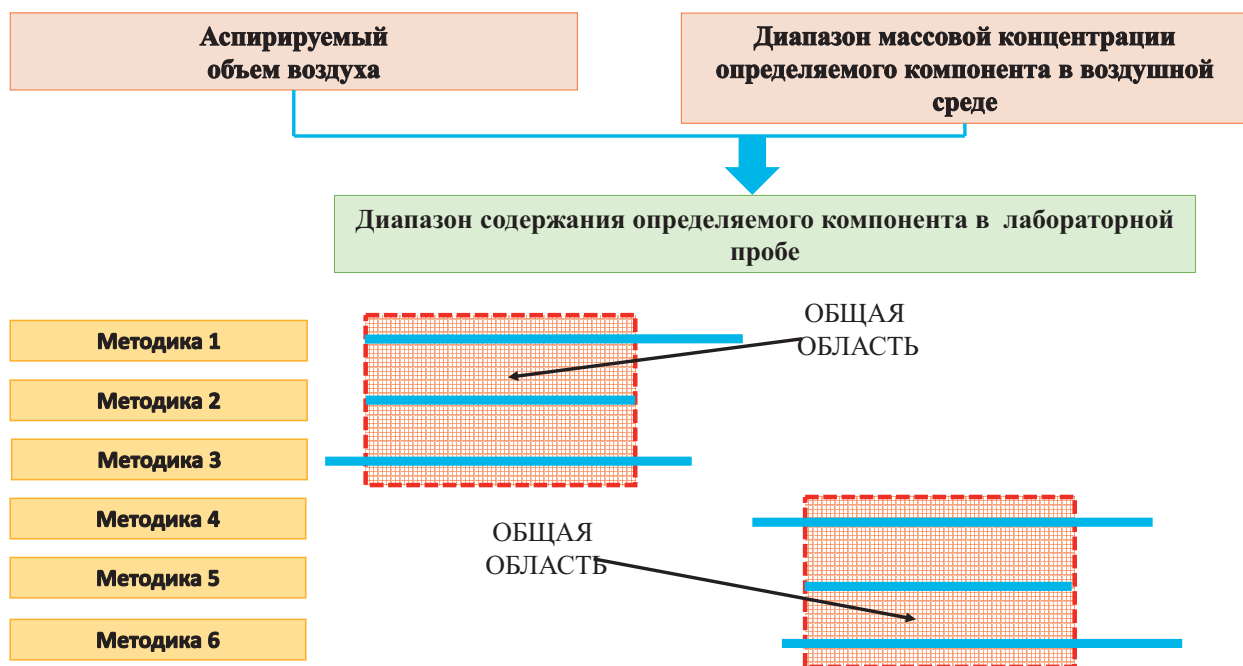


Рис. 4. Схема определения общей области

Fig. 4. Scheme for determining a measurement range common for all the measurement techniques used

На рис. 5 изображен образец, использованный для раунда МСИ 2018 г., по измерению содержания железа в атмосферном воздухе, воздухе рабочей зоны, промышленных выбросах в атмосферу для 12 методик измерений, в 38 лабораториях. Его универсальность была подтверждена результатами раунда МСИ, в котором практически все лаборатории получили удовлетворительные результаты (рис. 6).



Рис. 5. Образец для измерений массовой концентрации железа в воздушных средах

Fig. 5. Test sample for measuring iron mass concentration in the ambient air

Аналогичные образцы созданы и создаются провайдером МСИ для внешнего контроля качества измерений содержания таких показателей состава воз-

душных сред, как марганец, пыль, серная кислота, соляная кислота, диоксид азота, аммиак и др. Каждый раз создается образец с содержанием определяемого компонента с учетом методик измерений, используемых лабораториями – участниками конкретных МСИ (рис. 3 и рис. 4).

Приписанные значения таких образцов для МСИ могут быть установлены на основе результатов измерений участников МСИ, в этом случае говорят о сопоставимости результатов измерений участников МСИ (в соответствии с Международным метрологическим словарем, термин 2.46) [8]. В то же время приписанные значения образцов могут быть получены с использованием методов их оценки, обеспечивающих метрологическую прослеживаемость (термин 2.41) [8], к эталонам единиц величин (например, ГЭТ 176-2013 – ГПЭ единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонента в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии)¹ [9], что позволяет их использовать для метрологического обеспечения измерений и создания аналогичных СО.

Заключение

Создаваемые с применением описанного в статье подхода СО могут использоваться для аттестации методик анализа воздушных сред, градуировки средств измерений, внутреннего и внешнего контроля качества результатов измерений показателей качества методик анализа воздушных сред [10]. Применение

¹ ГЭТ 176–2013 Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонента в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии // ФГУП «УНИИМ» [сайт]. https://uniim.ru/gauge_fgup_uniim/

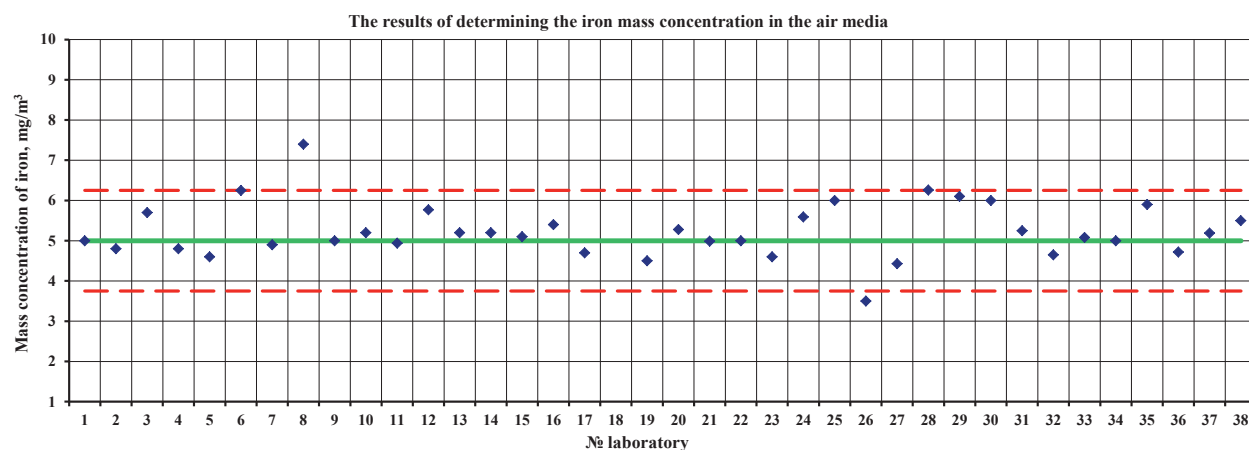


Рис. 6. Результаты определения массовой концентрации железа в воздушных средах

Fig. 6. Results of determining the iron mass concentration in the air

таких образцов дает возможность повышения уровня метрологического обеспечения измерений состава воздушных сред, а также на их основе – достоверности информации об экологическом состоянии окружающей среды.

Благодарности

Авторы искренне благодарят рецензентов и редактора за высокопрофессиональное и благожелательное

отношение, проявленное при подготовке материалов к опубликованию.

Все авторы прочитали и одобрили окончательный вариант рукописи.

ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ ISO/IEC 17043–2013 Оценка соответствия. Основные требования к проведению проверки квалификации. М.: Стандартиформ, 2014. 33 с.
2. ГОСТ Р ИСО 13528–2010 Статистические методы. Применение при экспериментальной проверке компетентности посредством межлабораторных сравнительных испытаний. М.: Стандартиформ, 2012. 54 с.
3. РМГ 103-2010 Проверка квалификации испытательных (измерительных) лабораторий, осуществляющих испытания веществ, материалов и объектов окружающей среды (по составу и физико-химическим свойствам) посредством межлабораторных сравнительных испытаний. М.: Стандартиформ, 2011. 38 с.
4. База данных EPTIS. URL: <http://www.eptis.org/>
5. МВИ 07–04 Методика выполнения измерений массовой концентрации железа (Fe+3) в промышленных выбросах фотометрическим методом. Санкт-Петербург: ООО Центр экологических исследований, 2004. 12 с.
6. МУ 4945–88 Методические указания по определению вредных веществ в сварочном аэрозоле. М: Информационно-издательский центр Госкомсанэпиднадзора Российской Федерации, 1992. 110 с.
7. ПНД Ф 13.1.66–09 Методика выполнения измерений массовой концентрации элементов в промышленных выбросах методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой. М.: Федеральная служба по экологическому, технологическому и атомному надзору, 2009. 16 с.
8. ISO/IEC GUIDE 99:2007 Международный словарь по метрологии. Основные и общие понятия и соответствующие термины (VIM). 2007. 108 с.
9. ГОСТ ISO Guide 35–2015 Стандартные образцы. Общие и статистические принципы сертификации (аттестации). М.: Стандартиформ, 2017. 58 с.
10. Кропанев А. Ю. Методики анализа воздушных сред. Аттестация и организация внутрилабораторного контроля качества результатов анализа // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2018. Т. 84, № 8. С. 65–70. Doi.10.26896/1028-6861-2018-84-8-65-70

REFERENCES

1. GOST ISO/IEC 17043–2013 Conformity assessment. General requirements for proficiency testing. Moscow, Standartinform, 2014. 33 p. (In Russ.)
2. GOST R ISO 13528–2010 Statistical methods. Using in proficiency testing by interlaboratory comparison tests. Moscow: Standartinform, 2012. 54 p. (In Russ.)
3. RMG 103-2010 Proficiency testing of test (measurement) laboratories, conducting the tests of substances, materials and environmental objects (for composition and physico-chemical properties) by means of interlaboratory comparisons. Moscow, Standartinform, 2011. 38 p. (In Russ.)
4. EPTIS database. URL: <http://www.eptis.org/>
5. MVI 07–04 Procedure for measuring the iron mass concentration (Fe+3) in industrial emissions using the photometric method. Saint Petersburg: OOO Ecological Research Center, 2004. 12 p. (In Russ.)
6. MU 4945–88 Methodical guidelines for the determination of hazardous substances in the welding aerosol. Moscow, Information and Publishing Center of the State Committee for Sanitary and Epidemiological Surveillance of the Russian Federation, 1992. 110 p. (In Russ.)
7. PND F 13.1.66–09 Procedure for measuring the elemental mass concentrations in industrial emissions using inductively coupled plasma atomic emission spectrometry. Moscow, Federal Service for Environmental, Technological and Nuclear Supervision, 2009. 16 p. (In Russ.)
8. ISO/IEC GUIDE 99:2007 International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms (VIM). 2007. 108 p.
9. GOST ISO Guide 35–2015 Reference materials. General and statistical principles for certification. Moscow, Standartinform, 2017. 58 p. (In Russ.)
10. Kropanev A. Y. Methodologies for analysis of air environment. Certification and arrangement of intra laboratory control of the quality of analysis results. Industrial laboratory. Diagnostics of materials. 2018;84(8): 65–70. Doi.10.26896/1028-6861-2018-84-8-65-70

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Богачева Анна Михайловна – канд. хим. наук, старший научный сотрудник лаборатории метрологии аналитических измерений и межлабораторных сравнительных испытаний ФГУП «УНИИМ».

Российская Федерация, 620000, Екатеринбург, Красноармейская, 4.

e-mail: anna-bogacheva86@yandex.ru

ORCID iD: 0000-0002-3061-6979

Пономарева Ольга Борисовна – ведущий научных сотрудник лаборатории метрологии аналитических измерений и межлабораторных сравнительных испытаний ФГУП «УНИИМ».

Российская Федерация, 620000, Екатеринбург, Красноармейская, 4.

e-mail: ponomareva@uniim.ru

Канаева Юлия Владимировна – и. о. заведующего лабораторией метрологии аналитических измерений и межлабораторных сравнительных испытаний ФГУП «УНИИМ».

Российская Федерация, 620000, Екатеринбург, Красноармейская, 4.

e-mail: metod224@uniim.ru

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Anna M. Bogacheva – Ph. D. (Chem.), Senior Researcher, Laboratory for Metrology of Analytical Measurements and Interlaboratory Comparisons, Ural Research Institute for Metrology.

4 Krasnoarmeyskaya St., Ekaterinburg, 620075, Russian Federation.

e-mail: anna-bogacheva86@yandex.ru

ORCID iD: 0000-0002-3061-6979

Olga B. Ponomareva – Leading Researcher, Laboratory for Metrology of Analytical Measurements and Interlaboratory Comparisons, Ural Research Institute for Metrology.

4 Krasnoarmeyskaya St., Ekaterinburg, 620075, Russian Federation.

e-mail: ponomareva@uniim.ru

Yulia V. Kanaeva – Acting Head of the Laboratory for Metrology of Analytical Measurements and Interlaboratory Comparisons, Ural Research Institute for Metrology.

4 Krasnoarmeyskaya St., Ekaterinburg, 620075, Russian Federation.

e-mail: metod224@uniim.ru

ИНФОРМАЦИЯ. НОВОСТИ. СОБЫТИЯ

DOI 10.20915/2077-1177-2018-14-3-4-51-56

УДК 543.5

ДЕЯТЕЛЬНОСТЬ ФГУП ВНИИФТРИ В СФЕРЕ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ ИЗМЕРЕНИЙ

В. И. Добровольский, Н. Г. Оганян, С. В. Прокунин

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений (ВНИИФТРИ), п. Менделеево, Московская обл., Российская Федерация
E-mail: mera@vniiftri.ru

В статье представлено описание, метрологические характеристики и области применения государственных первичных эталонов ФГУП «ВНИИФТРИ»: показателей активности ионов водорода pH и активности ионов рХ в водных растворах, единиц дисперсных параметров аэрозолей, взвесей и порошкообразных материалов, единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации неорганических компонентов в водных растворах на основе гравиметрического и спектральных методов анализа. В докладе также говорится о производстве на базе ВНИИФТРИ стандарт-титров и буферных растворов для pH-метрии, рабочих эталонов активности ионов Na^+ , K^+ , F^- , Cl^- , Br^- , I^- , NO_3^- (рХ) в водных средах, об исследованиях и о плановых разработках.

Ключевые слова: водородный показатель, активность ионов, эталон, pH, рХ, стандарт-титр, буферный раствор, стандартный образец, утверждение типа, калибровка, поверка, аттестация методик измерений, аттестация чистых помещений, производство стандартных образцов и мер

Ссылка при цитировании:

Добровольский В. И., Оганян Н. Г., Прокунин С. В. Деятельность ФГУП ВНИИФТРИ в сфере физико-химических измерений // Стандартные образцы. 2018. Т. 14. № 3–4. С. 51–56. DOI 10.20915/2077-1177-2018-14-3-4-51-56.

For citation:

Dobrovolskiy V. I., Oganyan N. G., Prokunin S. V. Activity of the All-Russian Research Institute of Physico-technical and Radio-technical Measurements (VNIIFTRI) in the Sphere of Physicochemical Measurements. Reference materials. 2018; 14(3–4). 51–56 (In Russ.). DOI 10.20915/2077-1177-2018-14-3-4-51-56.

ACTIVITY OF THE ALL-RUSSIAN RESEARCH INSTITUTE OF PHYSICOL-TECHNICAL AND RADIO-TECHNICAL MEASUREMENTS (VNIIFTRI) IN THE SPHERE OF PHYSICOCHEMICAL MEASUREMENTS

Vladimir I. Dobrovolskiy, Narine G. Oganyan, Sergey V. Prokunin

All-Russian Research Institute of Physicol-Technical and Radio-Technical Measurements (VNIIFTRI),
Mendeleevo, Moscow Region, Russian Federation
E-mail: mera@vniiftri.ru

This article presents the description, metrological characteristics and application of State primary standards developed at the All-Russian Research Institute of Physicol-Technical and Radio-Technical Measurements (VNIIFTRI). These include the state primary standards for pH and pX in aqueous solutions, units of the dispersed parameters of aerosols, suspensions and powdery materials, units of the mass fraction and mass (molar) concentration of inorganic components in aqueous solutions based on gravimetric and spectral methods of analysis. In addition, the article discusses R&D projects that are currently being realized at VNIIFTRI, including the production of standard-titres and buffer solutions for pH-metry, as well as working standards for assessing the activity of Na^+ , K^+ , F^- , Cl^- , Br^- , I^- , NO_3^- (pX) ions in aqueous media.

Keywords: ion activity, measurement standard, pH, pX, standard-titre, buffer solution, reference material, type approval, calibration, verification, measurement procedure certification, cleanroom certification, production of reference materials and measures

С целью обеспечения единства измерений в России в сфере физико-химических измерений во ФГУП «ВНИИФТРИ» на базе научно-исследовательского отделения физико-химических и электрических измерений (НИО-6) разработаны, исследованы, утверждены и успешно эксплуатируются следующие государственные первичные эталоны:

- государственный первичный эталон показателя pH-активности ионов водорода в водных растворах (ГЭТ 54–2011);
- государственный первичный эталон показателей pX активности ионов в водных растворах (ГЭТ 171–2011);
- государственный первичный эталон единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации неорганических компонентов в водных растворах на основе гравиметрического и спектральных методов (ГЭТ 217–2018);
- государственный первичный эталон единиц дисперсных параметров аэрозолей, взвесей и порошкообразных материалов (ГЭТ 163–2010);
- государственный первичный эталон единиц объемной плотности электрического заряда ионизи-

рованного воздуха и счетной концентрации аэроионов (ГЭТ 177–2010);

- государственный первичный эталон единицы массовой концентрации кислорода и водорода в жидких средах (ГЭТ 212–2014).

Кроме государственных первичных эталонов на базе НИО-6 разработан, исследован и утвержден государственный вторичный эталон единицы постоянного электрического напряжения ВЭТ 13-13-01 и с 2001 г. активно используется в институте. В частности, вторичный эталон, помимо других своих задач, решает соответствующие вопросы метрологического обеспечения средств измерений, входящих в состав государственных первичных эталонов НИО-6.

В НИО-6 ведутся научные исследования по обеспечению передачи единиц от государственных первичных эталонов другим эталонам и средствам измерений в закрепленной за ВНИИФТРИ сфере.

Согласно области аккредитации ВНИИФТРИ в сфере физико-химических измерений НИО-6 предоставляет услуги по испытаниям средств измерений и стандартных образцов (СО) с целью утверждения типа, поверке

/ калибровке средств измерений (СИ), аттестации методик измерений, аттестации чистых помещений и др.

НИО-6 активно принимает участие в работах технических комитетов, подкомитетов и рабочих групп Росстандарта, межгосударственных, региональных и международных организаций:

- ведение Подкомитета 206.15 «Эталоны и поверочные схемы в области электрохимических измерений в жидких средах» ТК 206 Росстандарта;
- ведение Подкомитета 206.16 «Эталоны и поверочные схемы в области измерений параметров аэрозолей, взвесей и порошкообразных материалов» ТК 206 Росстандарта;
- ведение ПК1 «Электрохимия» ТК 1.8 «Физико-химия» КОOMET;
- ведение ТК 335 «Методы испытаний агропромышленной продукции на безопасность» Росстандарта;
- ведение МТК 335 «Методы испытаний агропромышленной продукции на безопасность» МГС;
- ведение секретариата ТК 17/ПК 3 «рН-метрия» МОЗМ;
- участие в Консультативном комитете по количеству вещества МБМВ (CCQM BIPM) в качестве наблюдателя и экспертное участие в рабочих группах по ключевым сличениям и качеству СМС-строк, электрохимии, неорганическому и газовому анализам (KCWG, EAWG, IAWG, GAWG);
- экспертное участие в ИСО / ТК 281 «Fine Bubble Technology».

Действующая во ФГУП «ВНИИФТРИ» система качества уже не первый раз подтверждается экспертами КОOMET на соответствие требованиям международного стандарта ИСО 17025 [1].

ФГУП «ВНИИФТРИ» является головным российским институтом в области электрохимических измерений, таких как измерение показателя рН-активности ионов водорода и показателей рХ активности ионов в водных растворах.

Как известно, средства измерений водородного показателя (рН) по их количеству и типам занимают одно из первых мест среди анализаторов жидкости. Только в Российской Федерации количество приборов для определения рН насчитывается более 1 000 000. Определение водородного показателя (рН) является на сегодняшний день самым востребованным методом контроля состава водных сред и других гомогенных и гетерогенных систем в жидком состоянии. Водородный показатель является важнейшей физико-химической характеристикой, определяющей основные кислотно-щелочные свойства растворов. Эти из-

мерения задействованы практически во всех сферах деятельности человека.

Во главе государственной поверочной схемы для средств измерений рН находится государственный первичный эталон рН ГЭТ 54–2011 [2].

Метрологические характеристики ГЭТ 54–2011:

- рН в водных растворах в диапазоне от 1 до 12;
- при t от 0 до 95 °С;
- СКО = 0,001 при $t = 25$ °С;
- неисключенная систематическая погрешность не превышает 0,0017 при $t = 25$ °С;
- расширенная неопределенность 0,004 при $k=2$.

ФГУП «ВНИИФТРИ» имеет 6 СМС-строк по измерению водородного показателя рН в базе данных МБМВ.

В настоящее время на базе НИО-6 налажен выпуск стандарт-титров 1-го и 2-го разрядов для приготовления буферных растворов, а также буферных растворов 2-го разряда с целью воспроизведения и передачи единицы рН (1–12) от Государственного первичного эталона рабочим эталонам и средствам измерений в данной области. Вся продукция прошла испытания с целью утверждения типа, внесена в Государственный реестр средств измерений и является допущенной к применению на территории Российской Федерации.

Выпускаемая продукция:

- стандарт-титры для приготовления буферных растворов – рабочих эталонов рН 1 и 2-го разрядов СТ-рН (рег. № 45142–10);
- буферные растворы – рабочие эталоны рН 2-го разряда БР-рН (рег. № 45143–10);
- меры кислотности МрН-1,2 (рег. № 47547–11);
- стандарт-титры СТ-ОВП-01 (рег. № 61364–15).

Предназначены для воспроизведения и передачи показателя активности ионов водорода (рН) в водных растворах и единицы окислительно-восстановительно-го потенциала (ОВП).

Метрологические характеристики выпускаемой продукции:

- стандарт-титры для приготовления буферных растворов – рабочих эталонов рН 1 разряда СТ-рН-1:
 - Пределы допускаемой абсолютной погрешности воспроизведения рН:
 - при t раствора + 25 °С $\pm 0,004$;
 - в диапазоне t от + 5 до + 60 °С (кроме $t + 25$ °С) $\pm 0,006$;
 - срок годности: 1 год;
- стандарт-титры для приготовления буферных растворов – рабочих эталонов рН 2-го разряда СТ-рН-2:
 - пределы допускаемой абсолютной погрешности воспроизведения рН $\pm 0,01$;

- емкость флаконов: 40 см³;
- срок годности: 1,5 года.

Нужно отметить, что ФГУП «ВНИИФТРИ» – единственная в России организация, выпускающая цветные буферные растворы – рабочие эталоны pH 2-го разряда в жидком виде, готовые к непосредственному применению для измерения pH среды.

Пределы допускаемой абсолютной погрешности воспроизведения pH:

- в диапазоне t от + 5 до +20 °C ±0,02
- в диапазоне t от + 20 до +40 °C ±0,01
- в диапазоне t от + 40 до + 80 °C ±0,02

Объем буферного раствора 125 см³, 270 см³, 500 см³

Емкость флаконов 125 см³, 270 см³, 500 см³

Срок годности 1 год

В последние годы все более актуальным становится рХ-метрия. Основным прибором в рХ-метрии является иономер, при помощи которого исследуется активность, массовая и молярная доля концентрации ионов в водном растворе, температура раствора.

Во главе Государственной поверочной схемы для средств измерений электрохимическими методами ионного состава водных растворов (средств измерений рХ) находится Государственный первичный эталон рХ ГЭТ 171-2011 [3].

Метрологические характеристики:

- рХ-активности ионов в водных растворах в диапазоне от 1 до 7;
- СКО = 0,001;
- неисключенная систематическая погрешность не превышает 0,0016;
- расширенная неопределенность 0,004 при k=2.

Следует также отметить, что ФГУП «ВНИИФТРИ» – единственная в России организация, выпускающая молементарные растворы – рабочие эталоны активности ионов Na⁺, K⁺, F⁻, Cl⁻, Br⁻, I⁻, NO³⁻ в водных средах.

Выпускаемая продукция:

Рабочие эталоны активности ионов в водных растворах РЭАИ:

- эталоны рабочие активности ионов натрия в водных растворах РЭАИ-Na (рег. № 43471–09);
- эталоны рабочие активности ионов калия в водных растворах РЭАИ-K (рег. № 43472–09);
- эталоны рабочие активности ионов фтора в водных растворах РЭАИ-F (рег. № 43473–09);
- эталоны рабочие активности ионов хлора в водных растворах РЭАИ-Cl (рег. № 43476–09);
- рабочие эталоны активности ионов брома в водных растворах РЭАИ-бром (рег. № 49026–12);

- рабочие эталоны активности ионов йода в водных растворах РЭАИ-йод (рег. № 49025–12);
- рабочие эталоны активности нитрат-ионов в водных растворах РЭАИ-нитрат (рег. № 49027–12).

Метрологические характеристики выпускаемой продукции:

- диапазон измерений рХ (1–7);
- погрешность измерений ПГ рХ ±0,01 при T = 25 °C.

Однако институт не останавливается на достигнутом и продолжает свою работу по расширению перечня предоставляемых единиц рН и рХ путем научных исследований, ключевых и пилотных сличений с ведущими мировыми метрологическими институтами, специализирующимися на данной области измерений.

Другой актуальной задачей является метрологическое обеспечение определения неорганических компонентов в жидкости. Сферы применения СО неорганических компонентов в водных растворах разнообразны. Это и продукты питания, и вода питьевая, и вода природная, и рыбное хозяйство, и сельское хозяйство, и многое другое, где нормы содержания тех или иных неорганических компонентов (в особенности содержание тяжелых металлов) регламентированы не только у нас в стране, но и за рубежом.

В этой связи в 2018 г. был утвержден новый государственный первичный эталон массой доли и массовой (молярной) концентрации неорганических компонентов в водных растворах ГЭТ 217-2018, разработанный на базе ФГУП «ВНИИФТРИ».

Метрологические характеристики:

- диапазон значений массовой (молярной) концентрации неорганических компонентов в водных растворах, в котором воспроизводится, хранится и передается единица, составляет от 10–8 г/дм³ до 100 г/дм³ (от 10–9 моль/дм³ до 2 моль/дм³);
- диапазон значений массовой доли неорганических компонентов в водных растворах, в котором воспроизводится, хранится и передается единица, составляет от 10–9 % до 10 %;
- СКО – не превышает (0,01–4) %;
- НСП – не превышает (0,01–4) %, при P=0,99;
- расширенная неопределенность не превышает (0,02–8,8) %, при k = 2.

В настоящее время благодаря успешному участию ГЭТ 217-2018 в международных сличениях в рамках МБМВ (IAWG CCQM BIPM), в НИО-6 ведутся исследования по разработке и производству СО ионов тяжелых металлов в водных растворах для передачи единицы высокоточным средствам измерений в данной области [4].

С ростом требований к чистоте помещений, к условиям труда, к безопасности продуктов питания и жизни растет и актуальность обеспечения единства измерений в сфере определения параметров микро- и наночастиц.

К 2018 г. был усовершенствован государственный первичный эталон единиц дисперсных параметров аэрозолей, взвесей и порошкообразных материалов ГЭТ 163-2010.

Метрологические характеристики усовершенствованного ГЭТ 163-2010 приведены в табл. 1.

В настоящее время ФГУП «ВНИИФТРИ» участвует в международных пилотных сличениях в рамках МБМВ в области измерений наночастиц, на основании чего можно будет разработать получение СО микро- и наночастиц в различных матрицах.

Табл. 1. Метрологические характеристики усовершенствованного ГЭТ 163-2010

Table 1. Metrological characteristics of improved GET-163–2010

Величина	Диапазон воспроизведения	U , %
Размер частиц	0,001–0,03 мкм	2,7...3,8
	0,03–2000 мкм	2,4
Счетная концентрация частиц	10^3 – 10^{12} м ⁻³	3,2...3,6
Массовая концентрация частиц	0,001–10 мг/м ³	2,2...3,7
	1–2000 мг/м ³	1,3
	1–10000 мг/м ³	1,3...2,9
Электрофоретическая подвижность частиц	$-2 \cdot 10^{-7}$ – $+2 \cdot 10^{-7}$ м ² /(В·с)	3,0...3,5
Дзета-потенциал частиц	-150 – +150 мВ	4,4...4,8
U – расширенная неопределенность при коэффициенте охвата $k = 2$		

ЛИТЕРАТУРА

1. ISO/IEC 17025:2005 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories // ISO [Электронный ресурс] URL: <https://www.iso.org/standard/39883.html>
2. ГОСТ 8.120-2014 Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Государственная поверочная схема для средств измерений pH. М. : Стандартиформ, 2015.
3. ГОСТ Р 8.641-2013 Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Государственная поверочная схема для средств измерений электрохимическими методами ионного состава водных растворов (средств измерений pH). М. : Стандартиформ, 2015.
4. Yan L. et al. Final report of the SIM.QM-S7 supplementary comparison, trace metals in drinking water // Metrologia, Vol. 55, Technical Supplement, 2018. Doi 10.1088/0026-1394/55/1A/08002

REFERENCES

1. ISO/IEC 17025:2005 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories. Available at: <https://www.iso.org/standard/39883.html>
2. GOST 8.120-2014 State system for ensuring the uniformity of measurements. State traceability scheme for the instruments intended for measuring pH. Moscow, Standartinform Publ., 2015. (in Russ.).
3. GOST R 8.641-2013 State system for ensuring the uniformity of measurements. State verification scheme for measuring instruments of the water solutions ion content by electrochemical methods (pH measuring instruments). Moscow, Standartinform Publ., 2015. (in Russ.).
4. Lu Yang et al. Final report of the SIM.QM-S7 supplementary comparison, trace metals in drinking water. Metrologia, Vol. 55, Technical Supplement, 2018. Doi 10.1088/0026-1394/55/1A/08002

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Добровольский Владимир Иванович – к. техн. н., начальник научно-исследовательского отделения физико-химических и электрических измерений ФГУП «ВНИИФТРИ».

Российская Федерация, п. Менделеево, Московская обл.
e-mail: mera@vniiftri.ru

Оганян Нарине Гарегиновна – к. хим. н., заместитель начальника научно-исследовательского отделения физико-химических и электрических измерений ФГУП «ВНИИФТРИ».

Российская Федерация, п. Менделеево, Московская обл.
e-mail: oganyan@vniiftri.ru

Прокунин Сергей Викторович – к. техн. н., начальник лаборатории электрохимических и электрических измерений ФГУП «ВНИИФТРИ».

Российская Федерация, п. Менделеево, Московская обл.
e-mail: prokunin@vniiftri.ru

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Vladimir I. Dobrovolskiy – Ph. D. (Eng.), Head of Research Department for Physical-Chemical and Electrical Measurements, FSUE VNIIFTRI.

Mendeleevo, Moscow Region, Russian Federation.
e-mail: mera@vniiftri.ru

Narine G. Oganyan – Ph.D. (Chem.), Deputy Head of Research Department for Physical-Chemical and Electrical Measurements, FSUE VNIIFTRI.

Mendeleevo, Moscow Region, Russian Federation.
e-mail: oganyan@vniiftri.ru

Sergey V. Prokunin – Ph.D. (Eng.), Head of the Laboratory for Electrochemical and Electrical Measurements, FSUE VNIIFTRI.

Mendeleevo, Moscow Region, Russian Federation.
e-mail: prokunin@vniiftri.ru

■ ВОПРОСЫ ВЕДЕНИЯ ГОСУДАРСТВЕННОГО РЕЕСТРА УТВЕРЖДЕННЫХ ТИПОВ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ / ASPECTS OF MAINTAINING THE STATE REGISTER OF REFERENCE MATERIALS OF APPROVED TYPE

Государственный реестр утвержденных типов стандартных образцов (Госреестр СО) является разделом Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений «Сведения об утвержденных типах стандартных образцов» и предназначен для регистрации стандартных образцов, типы которых утверждены Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт). Порядок ведения Госреестра СО и регистрации утвержденных типов стандартных образцов (ГСО) изложен в ПР 50.2.020-2007 «ГСИ. Государственный реестр утвержденных типов стандартных образцов. Порядок ведения».

Цели ведения Госреестра СО:

- учет и регистрация в установленном порядке стандартных образцов утвержденных типов, предназначенных для применения в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, а также стандартных образцов, не предназначенных для применения в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, утвержденных по представлению юридических лиц в добровольном порядке;
- создание централизованного фонда документов Госреестра СО, информационных данных о стандартных образцах, допущенных к выпуску и применению на территории Российской Федерации, изготовителях стандартных образцов, испытательных центрах стандартных образцов;
- учет выданных свидетельств об утверждении типов стандартных образцов;
- организация информационного обслуживания заинтересованных юридических и физических лиц, в том числе посредством ведения раздела Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений «Сведения об утвержденных типах стандартных образцов».

СВЕДЕНИЯ О НОВЫХ ТИПАХ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ

DATA ON NEW REFERENCE MATERIALS APPROVED IN 2018

С. Т. Агишева

ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии»,
г. Екатеринбург, Российская Федерация
e-mail: lana@uniim.ru

В этом разделе продолжается публикация сведений о стандартных образцах, утвержденных Росстандартом в соответствии с «Административным регламентом по предоставлению Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии государственной услуги по утверждению типа стандартных образцов или типа средств измерений», утвержденным приказом Министерства промышленности и торговли Российской Федерации от 25 июня 2013 г. № 970; зарегистрированных в Госреестре СО. Сведения об утвержденных типах стандартных образцов представлены также в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений ([www/gost.ru](http://www.gost.ru); <http://fundmetrology.ru/default.aspx>). Дополнительная информация на СО может быть получена по запросу, отправленному на e-mail: uniim@uniim.ru, gssso@gssso.ru или факс: 8 (343) 355-31-71.

ГСО 11050-2018 СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ В ВОЗДУХЕ (Air-МГПЗ-2)

СО предназначен для поверки, калибровки, градуировки СИ, а также контроля метрологических характеристик при проведении их испытаний, в том числе с целью утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений; контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) измерений в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

Область применения — газовая, химическая, металлургическая, угольная промышленность, контроль технологических процессов и промышленных выбросов.

Способ аттестации — использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО — объемная доля компонентов, %.

СО представляет собой искусственную газовую смесь в газе-разбавителе воздухе в баллонах под давлением. Определяемые компоненты — оксид углерода (СО), диоксид углерода (СО₂), метан (СН₄), пропан (С₃Н₈), бутан (С₄Н₁₀), водород (Н₂), этилен (С₂Н₄), этан (С₂Н₆), диоксид серы (SO₂), аммиак (NH₃), сероводород (H₂S). Смесь находится под давлением от 1 до 10 МПа в баллонах из углеродистой или легированной стали по ГОСТ 949–73; в баллонах из нержавеющей стали 12Х18Н10Т, 03Х17Н14М2, 03Х17Н14М3 по ГОСТ 5632–2014, в том числе металлокомпозитных баллонах с лейнером из нержавеющей стали; в баллонах из алюминиевого сплава по ТУ 1411-016-03455343-2004, ТУ 1412-017-03455343-2004 или ТУ 1411-001-20810646-2015; в баллонах из алюминиевого сплава AA6061 типа Luxfer или аналогичных. Вместимость баллонов от 1 дм³ до 50 дм³. Баллоны оборудованы запорными мембранными вентилями: латунными типа ВБМ-1, W19.2 Сп21,8, VGN, KB5-53М, KB-1П или их аналогами для негорючих смесей; латунными типа ВВ-55, ВВ-55М, ВВ-88, ВВ-400, ВВБ-54, ВВБ-54М или их аналогами для горючих смесей; из нержавеющей стали типа ВС-16, ВС-16Л, W19 или их аналогами для смесей, содержащих химически активные газы.

ГСО 11051-2018 СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ В АРГОНЕ (Ar-МГПЗ-1)

СО предназначен для поверки, калибровки, градуировки СИ, а также контроля метрологических характеристик при проведении их испытаний, в том числе с целью утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений; контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) измерений в про-

цессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

Область применения — газовая, химическая, металлургическая, угольная промышленность, контроль технологических процессов и промышленных выбросов.

Способ аттестации — использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО — объемная доля компонентов, %.

СО представляет собой искусственную газовую смесь в газе-разбавителе аргоне в баллонах под давлением. Определяемые компоненты — кислород (O₂), водород (H₂), метан (СН₄), пропан (С₃Н₈), этилен (С₂Н₄), этан (С₂Н₆), азот (N₂), гелий (He), пропилен (С₃Н₆), неон (Ne), криптон (Kr), ксенон (Xe), оксид азота (NO), диоксид серы (SO₂), аммиак (NH₃), сероводород (H₂S). Смесь находится под давлением от 1 до 10 МПа в баллонах из углеродистой или легированной стали по ГОСТ 949–73; в баллонах из нержавеющей стали 12Х18Н10Т, 03Х17Н14М2, 03Х17Н14М3 по ГОСТ 5632–2014, в том числе металлокомпозитных баллонах с лейнером из нержавеющей стали; в баллонах из алюминиевого сплава по ТУ 1411-016-03455343-2004, ТУ 1412-017-03455343-2004 или ТУ 1411-001-20810646-2015; в баллонах из алюминиевого сплава AA6061 типа Luxfer или аналогичных. Вместимость баллонов от 1 дм³ до 50 дм³. Баллоны оборудованы запорными мембранными вентилями: латунными типа ВБМ-1, W19.2 Сп21,8, VGN, KB5-53М, KB-1П или их аналогами для негорючих смесей; латунными типа ВВ-55, ВВ-55М, ВВ-88, ВВ-400, ВВБ-54, ВВБ-54М или их аналогами для горючих смесей; из нержавеющей стали типа ВС-16, ВС-16Л, W19 или их аналогами для смесей, содержащих химически активные газы.

ГСО 11052-2018 СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ В АРГОНЕ (Ar-МГПЗ-2)

СО предназначен для поверки, калибровки, градуировки СИ, а также контроля метрологических характеристик при проведении их испытаний, в том числе с целью утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений; контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) измерений в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

Область применения — газовая, химическая, металлургическая, угольная промышленность, контроль технологических процессов и промышленных выбросов.

Способ аттестации — использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – объемная доля компонентов, %.

СО представляет собой искусственную газовую смесь в газе–разбавителе аргоне в баллонах под давлением. Определяемые компоненты – кислород (O_2), водород (H_2), метан (CH_4), пропан (C_3H_8), этилен (C_2H_4), этан (C_2H_6), азот (N_2), гелий (He), пропилен (C_3H_6), неон (Ne), криптон (Kr), ксенон (Xe), оксид азота (NO), диоксид серы (SO_2), аммиак (NH_3), сероводород (H_2S). Смесь находится под давлением от 1 до 10 МПа в баллонах из углеродистой или легированной стали по ГОСТ 949–73; в баллонах из нержавеющей стали 12Х18Н10Т, 03Х17Н14М2, 03Х17Н14М3 по ГОСТ 5632–2014, в том числе металлокомпозитных баллонах с лейнером из нержавеющей стали; в баллонах из алюминиевого сплава по ТУ 1411-016-03455343-2004, ТУ 1412-017-03455343-2004 или ТУ 1411-001-20810646-2015; в баллонах из алюминиевого сплава AA6061 типа Luxfer или аналогичных. Вместимость баллонов от 1 дм³ до 50 дм³. Баллоны оборудованы запорными мембранными вентилями: латунными типа ВБМ-1, W19.2 Сп21,8, VGN, КВБ-53М, КВ-1П или их аналогами для негорючих смесей; латунными типа ВВ-55, ВВ-55М, ВВ-88, ВВ-400, ВВБ-54, ВВБ-54М или их аналогами для горючих смесей; из нержавеющей стали типа ВС-16, ВС-16Л, W19 или их аналогами для смесей, содержащих химически активные газы.

ГСО 11053–2018 СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ В ГЕЛИИ (He–МГПЗ-1)

СО предназначен для поверки, калибровки, градуировки СИ, а также контроля метрологических характеристик при проведении их испытаний, в том числе с целью утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений; контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) измерений в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

Область применения – газовая, химическая, металлургическая, угольная промышленность, контроль технологических процессов и промышленных выбросов.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – объемная доля компонентов, %.

СО представляет собой искусственную газовую смесь в газе–разбавителе гелии в баллонах под давлением. Определяемые компоненты – кислород (O_2), водород (H_2), оксид углерода (CO), диоксид углерода (CO_2), метан (CH_4), пропан (C_3H_8), этилен (C_2H_4), этан (C_2H_6),

изобутан ($i-C_4H_{10}$), бутан (C_4H_{10}), изопентан ($i-C_5H_{12}$), пентан (C_5H_{12}), гексан (C_6H_{14}), аргон (Ar), азот (N_2), пропилен (C_3H_6), неон (Ne), криптон (Kr), ксенон (Xe), оксид азота (NO), диоксид серы (SO_2), аммиак (NH_3), сероводород (H_2S), ацетилен (C_2H_2). Смесь находится под давлением от 1 до 10 МПа в баллонах из углеродистой или легированной стали по ГОСТ 949–73; в баллонах из нержавеющей стали 12Х18Н10Т, 03Х17Н14М2, 03Х17Н14М3 по ГОСТ 5632–2014, в том числе металлокомпозитных баллонах с лейнером из нержавеющей стали; в баллонах из алюминиевого сплава по ТУ 1411-016-03455343-2004, ТУ 1412-017-03455343-2004 или ТУ 1411-001-20810646-2015; в баллонах из алюминиевого сплава AA6061 типа Luxfer или аналогичных. Вместимость баллонов от 1 дм³ до 50 дм³. Баллоны оборудованы запорными мембранными вентилями: латунными типа ВБМ-1, W19.2 Сп21,8, VGN, КВБ-53М, КВ-1П или их аналогами для негорючих смесей; латунными типа ВВ-55, ВВ-55М, ВВ-88, ВВ-400, ВВБ-54, ВВБ-54М или их аналогами для горючих смесей; из нержавеющей стали типа ВС-16, ВС-16Л, W19 или их аналогами для смесей, содержащих химически активные газы.

ГСО 11054–2018 СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ В ГЕЛИИ (He–МГПЗ-2)

СО предназначен для поверки, калибровки, градуировки СИ, а также контроля метрологических характеристик при проведении их испытаний, в том числе с целью утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений; контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) измерений в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

Область применения – газовая, химическая, металлургическая, угольная промышленность, контроль технологических процессов и промышленных выбросов.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – объемная доля компонентов, %.

СО представляет собой искусственную газовую смесь в газе–разбавителе гелии в баллонах под давлением. Определяемые компоненты – водород (H_2), кислород (O_2), оксид углерода (CO), диоксид углерода (CO_2), метан (CH_4), пропан (C_3H_8), этилен (C_2H_4), этан (C_2H_6), гексан (C_6H_{14}), аргон (Ar), азот (N_2), пропилен (C_3H_6), неон (Ne), криптон (Kr), ксенон (Xe), оксид азота (NO), диоксид серы (SO_2), аммиак (NH_3), сероводород (H_2S), ацетилен (C_2H_2). Смесь находится под давлением от 1 до 10 МПа в баллонах из углеродистой

или легированной стали по ГОСТ 949–73; в баллонах из нержавеющей стали 12Х18Н10Т, 03Х17Н14М2, 03Х17Н14М3 по ГОСТ 5632–2014, в том числе металлокомпозитных баллонах с лейнером из нержавеющей стали; в баллонах из алюминиевого сплава по ТУ 1411-016-03455343-2004, ТУ 1412-017-03455343-2004 или ТУ 1411-001-20810646-2015; в баллонах из алюминиевого сплава AA6061 типа Luxfer или аналогичных. Вместимость баллонов от 1 дм³ до 50 дм³. Баллоны оборудованы запорными мембранными вентилями: латунными типа ВБМ-1, W19.2 Sp21,8, VGN, KB5-53M, KB-1П или их аналогами для негорючих смесей; латунными типа ВВ-55, ВВ-55М, ВВ-88, ВВ-400, ВВБ-54, ВВБ-54М или их аналогами для горючих смесей; из нержавеющей стали типа ВС-16, ВС-16Л, W19 или их аналогами для смесей, содержащих химически активные газы.

ГСО 11055-2018 СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ НА ОСНОВЕ ПОСТОЯННЫХ ГАЗОВ (ПГ-МГПЗ-1)

СО предназначен для поверки, калибровки, градуировки СИ, а также контроля метрологических характеристик при проведении их испытаний, в том числе с целью утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений; контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) измерений в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

Область применения – газовая, химическая, металлургическая, угольная промышленность, контроль технологических процессов и промышленных выбросов.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин

Аттестованная характеристика СО – объемная доля компонентов, %.

СО представляет собой искусственную газовую смесь на основе постоянных газов в баллонах под давлением. Определяемые компоненты – азот (N₂), кислород (O₂), водород (H₂), метан (CH₄), пропан (C₃H₈), оксид углерода (CO), диоксид углерода (CO₂). Смесь находится под давлением от 1 МПа до 10 МПа, в баллоне из углеродистой или легированной стали по ГОСТ 949–73, в баллоне из алюминиевого сплава по ТУ 1411-016-03455343-2004, ТУ 1412-017-03455343-2004 или ТУ 1411-001-20810646-2015, в баллоне из алюминиевого сплава AA6061 типа Luxfer или в аналогичных баллонах вместимостью от 1 дм³ до 50 дм³. Баллоны оборудованы латунными вентилями типа KB-1М, KB-1П, KB5-53 М, ВЛ-16 или их аналогами.

ГСО 11056-2018 СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ЖИДКОЙ СМЕСИ МЕТИЛПАРАТИОНА В ГЕКСАНЕ

СО предназначен для передачи единицы массовой концентрации средствам измерений низкой точности; поверки, калибровки, градуировки СИ, а также контроля метрологических характеристик при проведении их испытаний, в том числе, с целью утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений.

Область применения – контроль технологических процессов.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – массовая концентрация метилпаратиона, мг/см³.

СО представляет собой искусственную смесь исходных веществ, расфасованную в виалы или стеклянные запаянные ампулы, вместимостью (1, 2, 3, 4, 5, 10, 20, 25, 40, 50) мл.

ГСО 11057-2018 СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ЖИДКОЙ СМЕСИ МЕТИЛПАРАТИОНА В ИЗООКТАНЕ

СО предназначен для передачи единицы массовой концентрации средствам измерений низкой точности; поверки, калибровки, градуировки СИ, а также контроля метрологических характеристик при проведении их испытаний, в том числе, с целью утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений.

Область применения – контроль технологических процессов.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – массовая концентрация метилпаратиона, мг/см³.

СО представляет собой искусственную смесь исходных веществ, расфасованную в виалы или стеклянные запаянные ампулы, вместимостью (1, 2, 3, 4, 5, 10, 20, 25, 40, 50) мл.

ГСО 11058-2018 СО СОСТАВА АММОФОСА (СО – БФ АП – А)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовых долей фосфатов и азота (аммонийного) в азотно-фосфорных удобрениях. СО может применяться для поверки (калибровки) соответствующих СИ при условии соответствия его метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках поверки (калибровки) соответствующих СИ.

Область применения – производство минеральных удобрений, химическая промышленность, сельское хозяй-

ство, испытания и контроль качества продукции, охрана окружающей среды.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля компонентов, %.

СО представляет собой порошок аммофоса с размерами частиц не более 0,5 мм. Материал СО расфасован по 50 г, 100 г, 200 г в герметично запаиваемые полиэтиленовые пакеты и (или) в стеклянные (пластмассовые) банки с этикеткой.

ГСО 11059–2018/ ГСО 11062–2018 СО МАГНИТНЫХ СВОЙСТВ МАГНИТОТВЕРДЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ СПЛАВА NdFeB (набор МС NdFeB)

СО предназначены для калибровки, испытаний СИ магнитных свойств магнитотвердых материалов, в том числе для утверждения типа; аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений магнитных свойств магнитотвердых материалов; другие виды метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля. СО могут быть использованы для поверки СИ магнитных свойств магнитотвердых материалов при условии соответствия метрологических и технических характеристик СО критериям, установленным в методиках поверки соответствующих СИ.

Область применения – научные исследования, промышленность и другие отрасли.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – остаточная магнитная индукция, Тл; остаточная намагниченность, Mr, кА/м; коэрцитивная сила по индукции, кА/м; коэрцитивная сила по намагниченности, кА/м; максимальное энергетическое произведение, кДж/м³.

СО представляют собой цилиндры из сплава NdFeB, полученные прессованием порошка сплава в магнитном поле с последующим спеканием в вакууме или среде инертного газа. Номинальная длина СО – 10 мм, номинальные диаметры – 7 мм, 12 мм, 22 мм, 36 мм. Для предотвращения разрушения СО укреплены внешним кольцом из немагнитного материала той же высоты, что и СО. СО упакованы в футляр, из немагнитного материала, предохраняющий СО от повреждений, на который наклеена этикетка. Количество типов СО в наборе – 4.

ГСО 11063–2018 СО СОСТАВА ИНДОЛ-3-КАРБИНОЛА (Интринол – МБФ)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений массовой доли индол-3-карбинола в лекар-

ственных средствах, биологически активных добавках и сырье для их производства методом высокоэффективной жидкостной хроматографии; испытаний СО; аттестации (валидации) методик измерений массовой доли индол-3-карбинола в лекарственных средствах, биологически активных добавках и сырье для их производства. СО может применяться для калибровки и поверки жидкостных хроматографов при условии соответствия его метрологических характеристик требованиям, установленным в методиках калибровки и поверки.

Область применения – фармацевтическая промышленность, пищевая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля индол-3-карбинола (1Н-индол-3-илметанола), %.

СО представляет собой кристаллический порошок от белого до светло-желтого цвета, расфасованный по 0,5 г, 1 г или 2 г во флаконы из темного стекла вместимостью 5 см³ с завинчивающейся крышкой. На каждый флакон наклеена этикетка.

ГСО 11064–2018 СО МИНЕРАЛЬНОГО СОСТАВА ВОДЫ ПРИРОДНОЙ (МСВ Щ)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений массовых концентраций карбонат-ионов, нитрат-ионов, хлорид-ионов, фторид-ионов, сульфат-ионов, марганца, железа общего и общей щелочности в питьевых, природных поверхностных и очищенных сточных водах. СО может применяться для аттестации методик измерений показателей состава водных объектов.

Область применения – охрана окружающей среды, контроль качества питьевой воды, природных поверхностных и очищенных сточных вод.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений, расчетно-экспериментальный.

Аттестованная характеристика СО – массовая концентрация компонентов, мг/дм³; общая щелочность, ммоль/дм³.

Материалом СО является смесь неорганических солей. При растворении материала, содержащегося в одном экземпляре СО, в 1 дм³ дистиллированной воды, не содержащей диоксида углерода, получают раствор с массовыми концентрациями компонентов и общей щелочностью, соответствующими аттестованным значениям СО. Материал СО высушен при 105 °С до постоянной массы и расфасован в пакеты из кальки, запаиваемые

вместе с этикеткой в полиэтилен. Масса сухого материала СО в одном экземпляре составляет (250 ± 3) мг.

ГСО 11065–2018 СО СВОЙСТВ ГАЗОВОГО КОНДЕНСАТА (СО ГК-ПА-1)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений кинематической вязкости, плотности, давления насыщенных паров газового конденсата по ГОСТ 33–2000 (ИСО 3104–94), ГОСТ Р 53708–2009, ГОСТ 3900–85, ГОСТ Р 51069–97, ГОСТ 1756–2000, ГОСТ Р 52340–2005, ГОСТ 8.601–2010, Р 50.2.075–2010, DIN EN ISO 12185, ГОСТ Р 57037–2016, РМГ 97–2010, Р 50.2.076–2010.

Область применения – нефтедобывающая, нефтеперерабатывающая и нефтехимическая промышленность.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО – кинематическая вязкость при 20 °С, мм²/с; плотность при 15 °С и 20 °С, кг/м³; давление насыщенных паров, кПа.

СО представляет собой стабилизированный газовый конденсат, расфасованный во флакон из темного стекла, закрытый полиэтиленовой пробкой с плотно завинчивающейся крышкой и этикеткой, объем материала во флаконе 100 см³, 250 см³, 500 см³ или 1050 см³.

ГСО 11066–2018 СО СОСТАВА ГАЗОВОГО КОНДЕНСАТА (СО ГК-ПА-2)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли воды, механических примесей, серы, хлорорганических соединений и массовой концентрации хлористых солей в газовом конденсате по ГОСТ Р 50442–92, ГОСТ 6370–83, ГОСТ Р 51947–2002, ГОСТ 1437–75, ГОСТ Р 52247–2004, ГОСТ 21534–76, ГОСТ 2477–65, ГОСТ 2477–2014, ГОСТ ISO 3733–2013, ГОСТ Р 51946–2002, ISO 8754:2003.

Область применения – нефтедобывающая, нефтеперерабатывающая и нефтехимическая промышленность.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля воды, %; массовая доля механических примесей, %; массовая доля серы, %; массовая доля хлорорганических соединений, млн⁻¹; массовая концентрация хлористых солей, мг/дм³.

СО представляет собой стабилизированный газовый конденсат, расфасованный во флакон из темного стекла, закрытый полиэтиленовой пробкой с плотно завинчивающейся крышкой и этикеткой, объем материала во флаконе 100 см³, 250 см³, 500 см³ или 1050 см³.

ГСО 11067–2018 СО ФРАКЦИОННОГО СОСТАВА ГАЗОВОГО КОНДЕНСАТА (СО ГК-ПА-3)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений фракционного состава газового конденсата по ГОСТ 2177–99, ГОСТ Р 53707–2009.

Область применения – нефтедобывающая, нефтеперерабатывающая и нефтехимическая промышленность.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО – объемная доля углеводородных фракций (%), отогнанных до заданных температур; температура отгона фракций, °С.

СО представляет собой стабилизированный газовый конденсат, расфасованный во флакон из темного стекла, закрытый полиэтиленовой пробкой с плотно завинчивающейся крышкой и этикеткой, объем материала во флаконе 100 см³, 250 см³, 500 см³ или 1050 см³.

ГСО 11068–2018 СО УДЕЛЬНОЙ ЭЛЕКТРИЧЕСКОЙ ПРОВОДИМОСТИ АВИАЦИОННЫХ ТОПЛИВ (СО УЭП-РТ-ПА)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений удельной электрической проводимости авиационных топлив по ГОСТ 25950–83. СО могут применяться для поверки, калибровки и градуировки СИ удельной электрической проводимости авиационных топлив при условии соответствия требованиям условий методик поверки, калибровки.

Область применения – нефтехимическая и авиационная промышленность.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО – удельная электрическая проводимость, пСм/м.

СО представляет собой реактивное топливо по ГОСТ 10227–86 марки ТС-1 с антистатической присадкой, расфасованное в стеклянный флакон с этикеткой вместимостью 1 дм³, закрытый полиэтиленовой пробкой с плотно завинчивающейся крышкой, объем материала во флаконе 1 дм³.

ГСО 11069–2018 СО СОСТАВА НАТРИЯ ХЛОРИСТОГО (ГАЛИТА)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений, применяемых при определении состава минерального сырья месторождений калийных солей, готовой продукции (концентрата минерального галита) и галитовых отходов калийных предприятий.

Область применения – производство минеральных удобрений, геология, химическая промышленность, разработка СО.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля компонентов, %.

Аттестованные значения установлены для материала, высушенного при температуре 105 °С).

СО изготовлен из галитовых отходов сильвинитовой обогатительной фабрики ПАО «Уралкалий» (г. Березники, Пермский край) и представляет собой сыпучее гигроскопичное кристаллическое вещество без запаха сероватого цвета. Материалом для изготовления СО могут также служить геологический объект – каменная соль Верхнекамского месторождения или готовая продукция – концентрат минеральный галит. Экземпляр СО массой $(0,50 \pm 0,01)$ кг расфасован в полиэтиленовую банку вместимостью 0,5 дм³, герметично закрытую навинчивающейся крышкой, на банку наклеена этикетка.

ГСО 11070–2018 СО ТЕМПЕРАТУРЫ ПЛАВЛЕНИЯ БЕНЗОФЕНОНА (СО С13Н10О)

СО предназначен для калибровки, градуировки анализаторов температуры плавления; аттестации и контроля точности результатов измерений температуры плавления с применением анализаторов температуры плавления. СО может применяться для поверки анализаторов температуры плавления, а также для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля; контроля метрологических характеристик СИ при их испытаниях, в том числе для утверждения типа.

Область применения – химическая, фармацевтическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО – температура плавления, °С.

Материалом СО является калибровочный образец (ME 18870) производства фирмы Sigma-Aldrich. СО представляет собой белый кристаллический порошок бензофенона, расфасованный по 5 г в стеклянный флакон с этикеткой, дополнительно помещенный в коробку.

ГСО 11071–2018 СО ТЕМПЕРАТУРЫ ПЛАВЛЕНИЯ БЕНЗОЙНОЙ КИСЛОТЫ (СО С7Н6О2)

СО предназначен для калибровки, градуировки анализаторов температуры плавления; аттестации и контроля точности результатов измерений температуры

плавления с применением анализаторов температуры плавления. СО может применяться для поверки анализаторов температуры плавления, а также для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля; контроля метрологических характеристик СИ при их испытаниях, в том числе для утверждения типа.

Область применения – химическая, фармацевтическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО – температура плавления, °С.

Материалом СО является калибровочный образец (ME 18555) производства фирмы Sigma-Aldrich. СО представляет собой белый кристаллический порошок бензойной кислоты, расфасованный по 5 г в стеклянный флакон с этикеткой, дополнительно помещенный в коробку.

ГСО 11072–2018 СО СОСТАВА ОКСИДА КОБАЛЬТА (комплект ОКД)

СО предназначены для градуировки СИ при определении состава кобальта марок К0, К1Ау, К1А, К1 (ГОСТ 123–2008) спектральными методами по ГОСТ 8776–2010 и аттестованным методикам измерений; аттестации методик измерений. СО могут применяться для контроля точности результатов измерений при соотношении погрешностей аттестованных значений СО и погрешности методики измерений не более 1:3.

Область применения – цветная металлургия, нанотехнологии.

Способ аттестации – расчетно-экспериментальный.

Аттестованная характеристика СО – массовые доли элементов к кобальту, %.

СО представляют собой синтезированные смеси оксидов кобальта и элементов–примесей в виде порошков крупностью около 0,1 мм, расфасованные массой 50 г в пластиковые банки с этикеткой. Количество экземпляров СО в комплекте – 4.

ГСО 11073–2018/ ГСО 11080–2018 СО СОСТАВА СПЛАВОВ ЦИНКОВЫХ НА ОСНОВЕ СИСТЕМЫ ЦИНК–АЛЮМИНИЙ–МЕДЬ (набор VSZAM1)

СО предназначены для градуировки СИ, применяемых при определении состава сплавов цинковых на основе системы цинк–алюминий–медь марок ZnAl4Cu1A, ЦАМ4–1о, ЦАМ4–1, ЦАМ4–1в

(ГОСТ 19424–97, ГОСТ 25140–93) спектральными и химическими методами, аттестации методик измерений состава сплавов цинковых на основе системы цинк–алюминий–медь. СО могут быть использованы при поверке СИ, испытаниях СИ и СО в целях утверждения типа, контроле точности результатов измерений при условии соответствия их метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках поверки СИ, программах испытаний и методиках измерений.

Область применения – цветная металлургия.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля элементов, %.

Материал СО изготовлен методом плавления из цинка марки ЦО (ГОСТ 3640–94) с массовой долей цинка не менее 99,98 %, алюминия марки А98 с массовой долей алюминия 99,98 % (ГОСТ 11069–2001) с введением примесей в виде двойных лигатур на основе цинка высокой чистоты. СО изготовлены в виде цилиндров диаметром (45 ± 3) мм, высотой (10–50) мм или стружки толщиной (0,1–0,5) мм. СО в виде цилиндров упакованы в пластмассовую тару, на которую наклеена этикетка. На нерабочей поверхности каждого цилиндра выбит индекс экземпляра СО. СО в виде стружки расфасованы минимальной массой 50 г в полиэтиленовые пакеты или банки, на которые наклеены этикетки. Количество типов СО в наборе – 8.

СВЕДЕНИЯ О СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦАХ УТВЕРЖДЕННЫХ ТИПОВ, СРОК ДЕЙСТВИЯ СВИДЕТЕЛЬСТВ КОТОРЫХ ПРОДЛЕН

DATA ON REFERENCE MATERIALS OF APPROVED TYPE THE PERIOD OF VALIDITY OF WHICH HAS BEEN EXTENDED

С. Т. Агишева

ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии»,
г. Екатеринбург, Российская Федерация
e-mail: lana@uniim.ru

Процедура продления срока действия свидетельств об утверждении типов стандартных образцов осуществляется Росстандартом на основании заявок, поступающих от изготовителей стандартных образцов, держателей свидетельств об утверждении типов стандартных образцов. По результатам рассмотрения указанных заявок принимается решение, оформленное в виде приказа Росстандарта «О продлении срока действия свидетельств об утверждении типов стандартных образцов».

В случае принятия положительного решения по продлению срока действия свидетельств изготовителям выдают свидетельства об утверждении типов стандартных образцов нового срока действия. Для стандартных образцов, форма выпуска которых – серийное производство, срок действия свидетельств продлевают на последующие пять лет. Для стандартных образцов, выпущенных единичными партиями, устанавливают срок действия свидетельств, соответствующий сроку годности экземпляров стандартных образцов. Стандартные образцы, срок действия свидетельств которых продлен в первой половине 2018 г., представлены в табл. 1.

Таблица 1. Стандартные образцы, срок действия свидетельств которых продлен в 2018 г.

Номер ГСО в Госреестре СО	Наименование стандартного образца утвержденного типа	Производство СО
<i>Приказ Росстандарта от 8 мая 2018 г. № 884</i>		
ГСО 8689–2005	СО массовой доли сульфатной золы нефтепродуктов (СЗН)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 8 мая 2018 г. № 885</i>		
ГСО 6460–92	СО массовой доли механических примесей в нефти и нефтепродуктах (МП–1)	серийное
ГСО 6461–92	СО массовой доли механических примесей в нефти и нефтепродуктах (МП–2)	серийное
ГСО 6462–92	СО массовой доли механических примесей в нефти и нефтепродуктах (МП–3)	серийное
ГСО 6463–92	СО массовой доли механических примесей в нефти и нефтепродуктах (МП–4)	серийное
ГСО 8802–2006	СО предельной температуры фильтруемости дизельных топлив на холодном фильтре (ПТФ ДТ–1)	серийное
ГСО 8803–2006	СО предельной температуры фильтруемости дизельных топлив на холодном фильтре (ПТФ ДТ–2)	серийное
ГСО 10227–2013	СО состава раствора хлорид–ионов (Хл–10)	серийное

Номер ГСО в Госреестре СО	Наименование стандартного образца утвержденного типа	Производ- ство СО
ГСО 10228–2013	СО состава раствора ионов натрия (Na–10)	серийное
ГСО 10229–2013	СО состава раствора ионов лития	серийное
ГСО 10451–2014	СО температуры начала кристаллизации моторных топлив (ТК)	серийное
ГСО 10457–2014	СО массовой доли воды в нефти и нефтепродуктах (имитатор) (В–1)	серийное
ГСО 10458–2014	СО массовой доли воды в нефти и нефтепродуктах (имитатор) (В–2)	серийное
ГСО 10459–2014	СО массовой доли воды в нефти и нефтепродуктах (имитатор) (В–3)	серийное
ГСО 10460–2014	СО массовой доли воды в нефти и нефтепродуктах (имитатор) (В–4)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 8 мая 2018 г. № 886</i>		
ГСО 8350–2003	СО пласто–эластических свойств каучука СКМС–30АРКМ–15 (СКС–30АРКМ–15)	серийное
ГСО 8351–2003	СО пласто–эластических свойств каучука БК 1675Н	серийное
ГСО 8352–2003	СО пласто–эластических свойств каучука СКИ–3 (СКИ–3С)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 11 мая 2018 г. № 890</i>		
ГСО 9009–2008	СО массовой доли меркаптановой серы в нефтепродуктах (МСН–ВНИИМ–0,001)	серийное
ГСО 9010–2008	СО массовой доли меркаптановой серы в нефтепродуктах (МСН–ВНИИМ–0,002)	серийное
ГСО 9011–2008	СО массовой доли меркаптановой серы в нефтепродуктах (МСН–ВНИИМ–0,003)	серийное
ГСО 9012–2008	СО массовой доли меркаптановой серы в нефтепродуктах (МСН–ВНИИМ–0,004)	серийное
ГСО 9013–2008	СО массовой доли меркаптановой серы в нефтепродуктах (МСН–ВНИИМ–0,005)	серийное
ГСО 9014–2008	СО массовой доли меркаптановой серы в нефтепродуктах (МСН–ВНИИМ–0,006)	серийное
ГСО 9015–2008	СО массовой доли меркаптановой серы в нефтепродуктах (МСН–ВНИИМ–0,008)	серийное
ГСО 9016–2008	СО массовой доли меркаптановой серы в нефтепродуктах (МСН–ВНИИМ–0,01)	серийное
ГСО 9017–2008	СО массовой доли меркаптановой серы в нефтепродуктах (МСН–ВНИИМ–0,02)	серийное
ГСО 9018–2008	СО массовой доли меркаптановой серы в нефтепродуктах (МСН–ВНИИМ–0,03)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 15 мая 2018 г. № 918</i>		
ГСО 9049–2008	СО температуры вспышки нефтепродуктов в открытом тигле (ОТ–М–1)	серийное
ГСО 9050–2008	СО температуры вспышки нефтепродуктов в открытом тигле (ОТ–М–2)	серийное
ГСО 9051–2008	СО температуры вспышки нефтепродуктов в открытом тигле (ОТ–М–3)	серийное
ГСО 9093–2008	СО кинематической вязкости нефтепродуктов (КВ–М–МТ)	серийное
ГСО 9094–2008	СО кинематической вязкости нефтепродуктов (КВ–М–ТД)	серийное
ГСО 9095–2008	СО кинематической вязкости нефтепродуктов (КВ–М–МК)	серийное
ГСО 9096–2008	СО температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле (ЗТ–М–1)	серийное
ГСО 9097–2008	СО температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле (ЗТ–М–2)	серийное
ГСО 9098–2008	СО температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле (ЗТ–М–3)	серийное

Номер ГСО в Госреестре СО	Наименование стандартного образца утвержденного типа	Производ- ство СО
<i>Приказ Росстандарта от 15 мая 2018 г. № 919</i>		
ГСО 10226–2013	СО кинематической вязкости нефтепродуктов (ВК–40)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 17 мая 2018 г. № 936</i>		
ГСО 1182–93П	СО стали легированной типа 8ХФ (УНЛ12)	серийное
ГСО 1421–87П	СО феррохрома типа ФХ015Б (Ф11)	серийное
ГСО 4214–88	СО сплава прецизионного типа 35КХ6Ф (С55)	серийное
ГСО 7352–97	СО стали углеродистой типа 05кп (У18)	серийное
ГСО 9047–2008	СО стали легированной типов 20ХН4ФА, Св–06НЗ (С61)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 21 мая 2018 г. № 974</i>		
ГСО 10453–2014	СО массовой доли серы в нефти и нефтепродуктах (СУ–1)	серийное
ГСО 10454–2014	СО массовой доли серы в нефти и нефтепродуктах (СУ–2)	серийное
ГСО 10455–2014	СО массовой доли серы в нефти и нефтепродуктах (СУ–3)	серийное
ГСО 10456–2014	СО массовой доли серы в нефти и нефтепродуктах (СУ–4)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 21 июня 2018 г. № 1249</i>		
ГСО 9031–2008	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (СН–ВНИИМ–0,005)	серийное
ГСО 9032–2008	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (СН–ВНИИМ–0,01)	серийное
ГСО 9033–2008	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (СН–ВНИИМ–0,03)	серийное
ГСО 9034–2008	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (СН–ВНИИМ–0,06)	серийное
ГСО 9035–2008	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (СН–ВНИИМ–0,1)	серийное
ГСО 9036–2008	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (СН–ВНИИМ–0,5)	серийное
ГСО 9037–2008	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (СН–ВНИИМ–0,6)	серийное
ГСО 9038–2008	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (СН–ВНИИМ–1)	серийное
ГСО 9039–2008	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (СН–ВНИИМ–1,8)	серийное
ГСО 9040–2008	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (СН–ВНИИМ–2,5)	серийное
ГСО 9041–2008	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (СН–ВНИИМ–3,5)	серийное
ГСО 9042–2008	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (СН–ВНИИМ–5)	серийное
ГСО 9238–2008	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (СН–ВНИИМ–0,2)	серийное
ГСО 9239–2008	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (СН–ВНИИМ–4)	серийное
ГСО 9487–2009	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (СН–ВНИИМ–1,5)	серийное
ГСО 10235–2013	СО массовой доли изомеров ГХЦГ в картофеле (ПП К)	серийное
ГСО 10238–2013	СО состава раствора гемиглобинцианида	серийное

Номер ГСО в Госреестре СО	Наименование стандартного образца утвержденного типа	Производ- ство СО
<i>Приказ Росстандарта от 28 июня 2018 г. № 1317</i>		
ГСО 8801–2006	СО температуры начала кристаллизации моторных топлив (ТНК МТ)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 28 июня 2018 г. № 1318</i>		
ГСО 1478–87П	СО феррохрома типа ФХ001Б (Ф9)	серийное
ГСО 1691–92П	СО чугуна типа ПФЗ (ЧЗ)	серийное
ГСО 1865–87П	СО руды железной (Р8)	серийное
ГСО 2448–82	СО шлака марганцевого передельного типа ПШ1 (Ш11)	серийное
ГСО 7464–98	СО феррохрома типа ФХ100А (Ф35)	серийное
ГСО 8383–2003	СО сталей углеродистых типов У7А, 20Л, 25Л, А20 (комплект СО УГ69–УГ74)	серийное
ГСО 9048–2008	СО ферротитана типа ФТи35С8 (Ф43)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 29 июня 2018 г. № 1332</i>		
ГСО 8380–2003	СО состава соды кальцинированной технической	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 29 июня 2018 г. № 1333</i>		
ГСО 10300–2013	СО состава кислоты лимонной	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 29 июня 2018 г. № 1334</i>		
ГСО 7343–96	СО состава раствора ионов ртути (II)	серийное
ГСО 7344–96	СО состава раствора ионов мышьяка (III)	серийное
ГСО 7346–96	СО состава раствора фенола	серийное
ГСО 7347–96	СО состава раствора формальдегида	серийное
ГСО 7348–96	СО состава раствора додецилсульфата натрия	серийное
ГСО 8402–2003	СО состава раствора ионов сурьмы (III)	серийное
ГСО 8403–2003	СО состава раствора гидрокарбонат-ионов	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 29 июня 2018 г. № 1335</i>		
ГСО 7141–95М	СО состава растворов бензола в метаноле (набор 4/ОР)	серийное
ГСО 7142–95М	СО состава растворов хлорбензола в метаноле (набор 5/ОР)	серийное
ГСО 7334–96/ 7336–96	СО состава растворов четыреххлористого углерода в метаноле (набор 7/ОР)	серийное
ГСО 10236–2013	СО состава крови, содержащей таллий (BL-Tl)	серийное
ГСО 10237–2013	СО массовой концентрации иммуноглобулинов класса G к бактерии <i>Treponema pallidum</i> в сыворотке, плазме крови человека (<i>Treponema pallidum</i> -IgG)	серийное
ГСО 10268–2013	СО показателя текучести расплава полипропилена (СО ПТР–ПА–2)	серийное
ГСО 10272–2013	СО состава глицина (СГ СО УНИИМ)	серийное
ГСО 10280–2013	СО массовой концентрации антигена HBsAg вируса гепатита В в сыворотке, плазме крови человека (HBsAg ВГВ)	серийное
ГСО 10281–2013	СО массовой концентрации антигена р24 вируса иммунодефицита человека первого типа в сыворотке, плазме крови человека (р24 ВИЧ-1)	серийное

СВЕДЕНИЯ О СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦАХ, В ОПИСАНИЯ ТИПОВ КОТОРЫХ ВНЕСЕНЫ ИЗМЕНЕНИЯ

Решением Росстандарта, оформленным в виде приказа «О внесении изменений в описания типов стандартных образцов», внесены изменения в описания ранее утвержденных типов стандартных образцов, в том числе по реквизиту «Срок годности экземпляра стандартного образца». Сведения по внесенным изменениям приведены в табл. 2.

Таблица 2. Стандартные образцы утвержденных типов, срок годности экземпляров которых изменен

Номер ГСО в Госреестре СО	Наименование стандартного образца утвержденного типа	Установлен срок годности экземпляра СО
<i>Приказ Росстандарта от 27.03.2018 г. № 549</i>		
ГСО 10407–2014	СО состава и свойств нефти (СО СС-ТН-ПА)	5 лет
<i>Приказ Росстандарта от 27.03.2018 г. № 550</i>		
ГСО 7751–2000	СО состава графитового коллектора микропримесей (комплект СОГ-24)	30 лет
<i>Приказ Росстандарта от 27.04.2018 г. № 822</i>		
ГСО 9817–2011	СО давления насыщенных паров нефтепродуктов (ДНП-ПА)	5 лет
ГСО 9819–2011	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (СО СН-ПА-1)	5 лет
ГСО 9820–2011	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (СО СН-ПА-2)	5 лет
ГСО 9821–2011	СО плотности жидкости (СО ПЛЖ-ПА-1)	5 лет
ГСО 9822–2011	СО плотности жидкости (СО ПЛЖ-ПА-2)	5 лет
ГСО 9823–2011	СО плотности жидкости (СО ПЛЖ-ПА-3)	5 лет
ГСО 9824–2011	СО плотности жидкости (СО ПЛЖ-ПА-4)	5 лет
ГСО 9825–2011	СО массовой доли механических примесей в нефтепродуктах (СО МПН-ПА-1)	5 лет
ГСО 9826–2011	СО массовой доли механических примесей в нефтепродуктах (СО МПН-ПА-2)	5 лет
ГСО 9827–2011	СО вязкости жидкости (СО ВЖ-ПА-1)	5 лет
ГСО 9828–2011	СО вязкости жидкости (СО ВЖ-ПА-2)	5 лет
ГСО 9829–2011	СО массовой доли воды в нефтепродуктах (СО ВН-ПА)	5 лет
ГСО 9867–2011	СО массовой концентрации хлористых солей в нефтепродуктах (СО ХСН-ПА-1)	5 лет
ГСО 9868–2011	СО массовой концентрации хлористых солей в нефтепродуктах (СО ХСН-ПА-2)	5 лет

В следующих номерах журнала будет продолжена публикация сведений о вновь утвержденных типах стандартных образцов, о стандартных образцах, срок действия свидетельств которых продлен, о стандартных образцах, в описания типов которых внесены изменения по сроку годности экземпляров стандартных образцов в соответствии с принятыми Росстандартом решениями.

ИНФОРМАЦИЯ ДЛЯ АВТОРОВ И ЧИТАТЕЛЕЙ

С целью повышения качества рукописей, публикуемых в журнале, и их соответствия международным требованиям, предъявляемым к научным публикациям, редакционная коллегия журнала просит авторов соблюдать правила, представленные ниже.

В журнале «Стандартные образцы» публикуются передовые и оригинальные статьи, материалы аналитического, научно-исследовательского, научно-методического, консультативного и информационного характера; переводы статей, опубликованных в зарубежных журналах (при согласии правообладателя на перевод и публикацию); обзоры; комментарии и отчеты о мероприятиях.

Не допускается направление в редакцию уже опубликованных статей или статей, отправленных на публикацию в другие журналы.

Мониторинг несанкционированного цитирования осуществляется с помощью системы «Антиплагиат».

Журнал приветствует статьи, имеющие потенциально высокий импакт-фактор и/или содержащие материал о значительных достижениях в указанных направлениях.

Условия опубликования статьи:

- представляемая для публикации статья должна быть ранее нигде не опубликованной, актуальной, обладать новизной, содержать постановку задач (проблем), описание основных результатов исследования, полученных автором, выводы;
- соответствовать правилам оформления, представленным ниже (а также на сайте журнала);
- с авторов плата за публикацию не взимается, авторское вознаграждение не выплачивается;
- статьи, содержащие результаты диссертационных работ, публикуются вне очереди.

Правила предоставления статьи:

- статья направляется в редакцию журнала по адресу: 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4, ФГУП «УНИИМ», главному редактору или ответственному секретарю на e-mail: taraeva@uniim.ru;
- статья представляется в бумажном виде и на электронном носителе (по e-mail или на диске) в формате Microsoft Word. Бумажный вариант должен полностью соответствовать электронному;
- текст статьи тщательно вычитывается и подписывается автором(ами), который(е) несет(ут) ответственность за научно-теоретический уровень публикуемого материала;
- при подаче статьи в редакцию автор соглашается с положениями лицензионного договора, размещенного на сайте журнала.

Правила оформления статьи:

При наборе статьи рекомендуется учитывать следующее:

1. Шрифт – Times New Roman, размер – 12 пт, межстрочный интервал – одинарный, форматирование – по ширине; все поля – по 20 мм, нумерация страниц обязательна. Объем статьи – до 20 страниц формата А4 (если статья превышает

этот объем, то редакция вправе публиковать статью частями, в 2 номерах). Особое внимание следует уделить качеству перевода метаданных статьи на английский язык. Желательно, чтобы перевод был выполнен носителем английского языка.

2. Необходимо указать УДК (<http://www.udk-codes.net>).

3. Заголовок статьи лаконично (не более 10 слов) и точно отражает содержание статьи, тематику и результаты проведенного научного исследования.

Приводится на русском и английском языках.

4. Аффiliation авторов. И.О.Ф. автора; полное наименование организации (сокращенное наименование организации), г. Город, Российская Федерация; ORCID; e-mail.

Очередность упоминания авторов напрямую зависит от их вклада в выполненную работу. Первым указывается автор, внесший наибольший вклад. При формировании перечня авторов необходимо соблюдать этические нормы соавторства, разработанные COPE (Committee on Publishing Ethics, <http://publicationethics.org>) (см. главу 4).

5. Аннотация на русском языке: выполняет функцию расширенного названия статьи и представляет ее содержание. Включает в себя основные разделы: Введение; Материалы и методы; Результаты исследования; Обсуждение и заключение.

Аннотация на английском языке, Abstract, информирует читателя об основных положениях статьи. Кратко обобщает исходные данные, цель, методы, результаты, выводы и область применения результатов всей работы. Abstract состоит из 200–250 слов. Abstract четко обозначает следующие составные части: Introduction; materials and methods; results; Discussion and Conclusion.

6. Ключевые слова (8–12 слов / фраз) являются поисковым образом научной статьи. В связи с этим они отражают основные положения, достижения, результаты, терминологию научного исследования. Приводятся на русском и английском языках.

7. Благодарности. В этом разделе упоминаются люди, помогавшие автору подготовить настоящую статью; организации, оказавшие финансовую поддержку. Хорошим тоном считается выражение благодарности анонимным рецензентам. Приводятся на русском и английском языках.

8. Основной текст статьи излагается на русском или английском языках и содержит следующие обязательные разделы:

1) Введение – постановка научной проблемы, ее актуальность, связь с важнейшими задачами, которые необходимо решить, значение для развития определенной отрасли науки или практической деятельности.

2) Обзор литературы. Описываются основные (последние по времени) исследования и публикации, на которые опирается автор; современные взгляды на проблему; трудности при разработке данной темы; выделение нерешенных вопросов в пределах общей проблемы, которым посвящена статья.

3) Материалы и методы. В данном разделе описываются процесс организации эксперимента, примененные методики, использованная аппаратура; даются подробные сведения об объекте исследования; указывается последовательность выполнения исследования и обосновывается выбор используемых методов (наблюдение, опрос, тестирование, эксперимент, лабораторный опыт и т.д.).

4) Результаты исследования. Это основной раздел, цель которого при помощи анализа, обобщения и разъяснения данных доказать рабочую гипотезу (гипотезы). Результаты исследования излагаются кратко, но при этом содержат достаточно информации для оценки сделанных выводов. Также обосновывается, почему для анализа были выбраны именно эти данные. Все названия, подписи и структурные элементы графиков, таблиц, схем и т.д. оформляются на русском и английском языках.

5) Обсуждение и заключение. В заключении суммируются результаты осмысления темы, делаются выводы, обобщения и рекомендации, вытекающие из работы, подчеркивается их практическая значимость, а также определяются основные направления для дальнейшего исследования в этой области.

6) Благодарности. В этом разделе упоминаются люди, помогавшие автору подготовить настоящую статью; организации, оказавшие финансовую поддержку. Хорошим тоном считается выражение благодарности анонимным рецензентам. Приводятся на русском и английском языках.

7) Вклад соавторов. В конце рукописи рекомендуется включить примечание, в котором разъясняется фактический вклад каждого соавтора в выполненную работу. Приводится на русском и английском языках.

9. Библиографическое описание документов оформляется в соответствии с требованиями ГОСТ Р 7.0.5–2008. Ссылаться нужно в первую очередь на оригинальные источники из научных журналов, включенных в глобальные индексы цитирования. Желательно использовать 20–40 источников. Из них

за последние 3 года – не менее 50 %, иностранных – не менее пяти источников, самоцитирование – не более трех источников. Следует указать DOI или адрес доступа в сети Интернет. Оформляется на русском и английском языках.

10. Аффилиация авторов. Ф.И.О. (полное), ученое звание, должность, организация(-и), адрес организации(-й) (требуется указать все места работы автора, в которых выполнялись исследования (постоянное место, место выполнения проекта и др.)), ORCID, электронная почта, телефон, почтовый адрес для отправки авторского экземпляра. Приводится на русском и английском языках.

Правила рецензирования статьи

В журнале «Стандартные образцы» принято «двойное слепое» (рецензент и автор не знают имен друг друга) рецензирование статей. Рецензент на основании анализа статьи принимает решение рекомендовать статью к публикации (без доработки или с доработкой) или статью отклонить. В случае несогласия автора статьи с замечаниями рецензента его мотивированное заявление рассматривается редакционной коллегией.

Политика редакции

Политика редакционной коллегии журнала базируется на современных юридических требованиях в отношении клеветы, авторского права, законности и плагиата, поддерживает Кодекс этики научных публикаций, сформулированный Комитетом по этике научных публикаций, и строится с учетом этических норм работы редакторов и издателей, закрепленных в Кодексе поведения и руководящих принципах наилучшей практики для редактора журнала и Кодексе поведения для издателя журнала, разработанных Комитетом по публикационной этике (COPE).

Допускается свободное воспроизведение материалов журнала в личных целях и свободное использование в информационных, научных, учебных и культурных целях в соответствии со ст. 1273 и 1274 гл. 70 ч. IV Гражданского кодекса РФ и лицензией Creative Commons CC BY 4.0. Иные виды использования возможны только после заключения соответствующих письменных соглашений с правообладателем.

Электронные версии статей размещаются на сайтах: журнала «Стандартные образцы», Российской государственной библиотеки, Научной электронной библиотеки eLIBRARY.RU, электронной библиотеки «КиберЛенинка».

Журнал распространяется платно по подписке в редакции или через подписные агентства.

Ответственный секретарь: Тараева Наталия Сергеевна,
тел.: +7 (343) 350-72-42,
e-mail: taraeva@uniim.ru, uniim@uniim.ru
www.rmjournal.ru

© «Стандартные образцы», 2018

INFORMATION FOR AUTHORS AND READERS OF THE JOURNAL

In order to improve the quality of manuscripts published in the journal and their compliance to the international requirements set for scientific publications, the editorial board of the journal asks the authors to observe the rules provided below.

The journal «Reference materials» publishes editorials and original articles, analytical, scientific and research, scientific and methodological materials, as well as materials intended for consultation and information; translations of published articles from foreign journals (with the consent of the right holder for the translation and publication); reviews; commentaries and event reports.

Submission of a paper that has been previously published or submitted for publication to other journals is not permitted.

Monitoring of unauthorized citations is provided by «Anti-plagiarism» service.

The journal gives preference to the articles with potentially high impact factor and/or containing significant advances in the indicated areas of science.

Conditions for paper publication:

- the paper submitted for publication must not have been previously published, must be relevant, have a new element, a problem statement, description of main results of the study, obtained by the author, conclusions;
- the paper submitted for publication must comply with the rules of formatting given below or on the website of the journal;
- there is no publication or royalty fee;
- papers containing results of thesis works are published on a priority basis.

Paper submission rules:

- the paper is submitted to the editorial office of the journal to the address: for Chief Editor «UNIIM», 4 Krasnoarmeyskaya St., Ekaterinburg, 620075, the Russian Federation, or for Executive Secretary by e-mail: taraeva@uniim.ru;
- the paper is submitted in paper form and on electronic media (via e-mail or on disc) Microsoft Word format. The paper version must fully match the electronic version;
- the text of the paper must be proofread thoroughly and signed by the author(s) who is(are) responsible for the scientific and theoretical level of the material being published;
- upon submission of the paper to the editorial staff, the author accepts provisions of the license contract posted on the website of the journal.

Paper formatting rules:

The following points should be taken into consideration when typing the paper:

1. Font – Times New Roman, 12-point font size, line spacing – single line, indenting – justified; all margins – 20 mm each, page numbering is required. The paper shouldn't exceed the volume of 20 A4 pages (if the paper exceeds this limit, the editorial staff has the right to divide the paper for publication in two issues).

2. The title of the paper should be short (not more than 10 words) and informative and should cover the paper contents, the subject-matter and results of the conducted scientific study. The title is to be provided in Russian and English.

3. Affiliation of authors. Full name of the author; full name of the organization (abbreviation for the organization), town/city, the Russian Federation; ORCID; e-mail.

4. The order in which authors are mentioned depends directly on their contribution to the performed work. The first to be indicated is the author who has made the largest contribution. When making a list of authors, it is necessary to comply with ethical standards pertaining to co-authorship norms established by COPE (the Committee on Publication Ethics, <http://publicationethics.org>) (see Chapter 4).

5. The Abstract in English (hereinafter referred to as Abstract) informs the reader about main provisions of the article. The abstract states briefly the input data, the aim, methods, results, conclusions and the field of application for the results of the whole work. The Abstract consists of 200–250 words. It consists of 4 distinct parts: *Introduction; materials and methods; results; Discussion and Conclusions*.

6. Keywords (8–12 words/phrases) constitute the searchcase of a scientific paper. For this reason, they should reflect basic statements, achievements, results and terminology of the study. They are to be provided in Russian and English.

7. Acknowledgements. This section should contain a reference to people who helped the author to prepare the present paper, organizations that provided financial support. It is considered good form to express gratitude to anonymous reviewers. The acknowledgements are to be provided in Russian and English.

8. The main body of the article should be presented in Russian or in English and contains the following compulsory sections:

- 1) Introduction is a definition of the scientific problem, its relevance, its connection with the chief tasks to be solved, its im-

portance for the development of a definite area of science or for practical activities.

2) Literature review. It is necessary to describe the principal (most recent) studies and publications relied upon by the author; modern views on the issue; difficulties in the development of the subject; the allotment of the outstanding issues within the general problem of the article.

3) Materials and methods. This section describes the process of the experiment, procedures and equipment used; provides detailed information about the object of research; indicates the sequence of conducting research and justifies the choice of the methods used (observation, survey, test, experiment, laboratory test, etc.).

4) Results. This is the main section, which aims to prove a working hypothesis (or hypotheses) by analysis, synthesis and data clarification. The study results should be presented briefly, but at the same time contain enough information for the evaluation of conclusions made by the author. The choice of these data should be justified as well. All titles, signatures, and structural elements of graphs, tables, charts etc. should be in Russian and in English.

5) Discussion and conclusion. The conclusion contains results of reflection on the given topic, generalizations and recommendations resulting from the work, their practical significance is emphasized. Also, main directions for further research in this area are indicated.

6) Acknowledgements. This section should contain a reference to people who helped the author to prepare the present paper, organizations that provided financial support. It is considered good form to express gratitude to anonymous reviewers. The acknowledgements are to be provided in Russian and English.

7) Authors' contributions. At the end of the manuscript, authors should explain in the notes the actual contribution of each co-author to the work performed. It is to be provided in Russian and English.

9. Bibliography entries for documents should be drawn up according to GOST R 7.0.5–2008.

One should primarily refer to original sources from scientific journals included into global citation indexes.

It is advisable to refer to 20–40 sources. Out of them: not less than 50 % must be published within the past 3 years, not less than 5 sources should be foreign and not more than 5 sources should be self-citations. DOI or URL should be indicated. The bibliography is to be provided in Russian and English.

10. Affiliation of authors. Full name, academic title, position held, the name of the organization(s), the address of the organization(s) (all the places where the author's study was conducted are to be indicated (permanent place, place where the project took place, etc.)), ORCID ID, e-mail, phone number, postal address for delivery of the author's copy. This information is to be provided in Russian and English.

Paper review rules

The journal «Reference Materials» uses double-blind review (the reviewer and the author do not know each other's names).

A reviewer analyses an article and decides whether to recommend it for publication (after revision of without it), or to refuse it. In case of noncompliance of the author with the comment of the reviewer, his motivated statement is considered by the editorial board.

Editorial Staff policy

The Editorial Staff's policy is based on modern legal requirements concerning libel, copyright, legitimacy, plagiarism and supports Academic Periodicals Ethical Codex stated by the Committee on Publication Ethics and it is formed taking into account standards of ethics of editors' and publishers' work established by Code of Conduct and Best Practice Guidelines for Journal Editors and Code of Conduct for Journal Publishers, developed by the Committee on Publication Ethics (COPE).

Free recall of journal's material is allowed for personal purposes. Free use is permitted for informational, academic, educational and cultural purposes in compliance with paragraphs 1273 and 1274 of chapter 70, part IV of Civil Codex of Russia and license Creative Commons CC BY 4.0. Other types of use are possible only after making agreements in writing with the copyright holder.

Electronic versions of papers are posted on the websites of the journal «Reference Materials»; the Russian State Library; the Scientific Electronic Library eLIBRARY.RU; the Electronic Library CyberLeninka.

The journal is distributed by paid subscription at the editorial office or through subscription agencies.

Executive Secretary – Natalia S. Taraeva, tel.: +7 (343) 350-72-42,

e-mail: taraeva@uniim.ru, uniim@uniim.ru

www.rmjournal.ru

© «Reference Materials», 2018

